

**Республика Узбекистан**

**Навоийский горно-металлургический комбинат**

**Навоийский государственный горный институт**

**Кафедра «Металлургия»**

# **ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ**

**для выполнения практических работ по предмету:**

**«МЕТАЛЛУРГИЯ ТЯЖЕЛЫХ ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ»**

**по направлениям бакалавриата 5520400—«Металлургия»**

**Навои – 2007 г.**

Холикулов Д.Б.

**Составитель:  
Холикулов Д.Б.**

Лабораторный практикум для выполнения практических работ по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов»/ Нав. гос. гор. инс. Сост. Холикулов Д.Б.

Методические указания предназначен для студентов обучающихся по направлению 5520400 – «Металлургия»

**Кафедра «Металлургия»**

Печатается по решению научно-методического совета Навоийского государственного горного института \_\_\_\_\_ протокол № \_\_\_\_\_

Рецензенты: к.т.н. Валиев Х.Р. (ТашГТУ),  
д.т.н. проф. Абдурахмонов Э.(НГГИ)

© Холикулов Д.Б., 2007 г.

## ПРЕДИСЛОВИЕ

Курс «Металлургия тяжелых цветных металлов» считается одним из необходимых предметов для студентов обучающихся по направлению 5520400 «Металлургия». По учебному плану предусмотрены лекционные, лабораторные и практические занятия.

Курс «Металлургия тяжелых цветных металлов» охватывает в себя технологию производства тяжелых цветных металлов, характеристику сырья и их переработку, плавку, получение штейна, шлака, огарка и агломерата, конвертирование, выщелачивание, огневое и электролитическое рафинирование.

В предоставленном лабораторном практикуме представлены следующие лабораторные работы по металлургии меди и цинка: выщелачивание меди из обожжённого концентрата (огарка), осаждение меди из растворов методом цементации, изучение возможности извлечения меди из различных медьсодержащих продуктов, обжиг цинкового концентрата, выщелачивание обожженного цинкового концентрата в растворе серной кислоты, гидролитическая очистка сульфатного цинкового раствора от железа.

Данный практикум составлен по индивидуальному плану по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов».

Курс «Металлургия тяжелых цветных металлов» базируется на ранее пройденных курсах «Основы металлургии», «Аналитический контроль в металлургическом производстве», «Теория пирометаллургических процессов», «Теория и аппараты гидрometаллургических процессов».

## ВВЕДЕНИЕ

Цветная металлургия представляет в настоящее время самостоятельную, крупную и очень важную отрасль тяжёлой промышленности СНГ, которая даёт производство около 60 различных цветных металлов, которое всё время значительно возрастает.

Характерная особенность цветной металлургии, резко отличающая её от черной – это чрезвычайные разнообразные технологические процессы и печи, которые насчитывают более 60 разновидностей. Технологические процессы, протекающие в печах цветной металлургии, являются одновременно и энергетическими процессами, обеспечивающими необходимое для работы печей поступление тепловой энергии.

Медная, цинковая и свинцовая промышленность является одним из ведущих подотраслей цветной металлургии, в странах СНГ и зарубежья.

В общем, объёме производства меди, на долю пирометаллургических способов приходится 85 % мирового выпуска металла. Гидрометаллургию для получения меди в СНГ, применяют значительно в меньших масштабах, чем за рубежом.

Наиболее распространённая до настоящего времени технология, представляется обязательным использованием следующих металлургических процессов: плавка на штейн, конвертирование медного штейна, огневое и электрическое рафинирование меди. В ряде случаев перед плавкой проводят предварительный окислительный обжиг. Существует много разновидностей плавки медных руд и концентратов на штейн, отличающихся как технологическими, так и аппаратными окормлениями.

Наиболее распространённым в настоящее время в медном производстве, является метод плавки на штейн в отражательных печах, который пригоден только для переработки мелких материалов. Близким аналогом отражательной плавки является плавка в электрических печах. Перечисленные способы плавки на штейн далеко не удовлетворяют требованиям современности. Основным направлением развития технологии переработки сульфидного сырья является разработка новых, более современных и более выгодных экономических схем, построенных на базе автогенных процессов. Внедрение автогенных процессов позволяет упростить технологию, за счет совмещения процессов обжига, плавки на штейн частично и полностью, процесс конвертирования в одном цикле. Это даёт возможность повысить комплексность использования сырья,

исключить расход топлива, улучшить многие технико-экономические показатели и предотвратить загрязнение окружающей среды.

Удельный вес меди в СНГ при различных способах выражается следующими цифрами: отражательная плавка – 60-65 %; шахтная плавка – 12-18 %; электроплавка - 10-15 %; гидрометаллургия – 0,1-0,2 %.

Одним из основных условий дальнейшего расширения отечественного производства цветных металлов и в том числе меди, является усовершенствование действующих и внедрение новых технологических процессов. В этом плане задача создания рациональной и комплексной переработки сложных в технологическом отношении полиметаллических промпродуктов, является весьма актуальной.

В настоящее время цинк получается двумя основными способами – пирометаллургическим (дистилляционным) и гидрометаллургическим (электролитным).

Исходным сырьем для получения цинка, является сульфидные цинковые концентраты. Традиционно металлический цинк получается по следующей технологической схеме: окислительный обжиг – серноокислотное выщелачивание – очистка от примесей – электролиз сульфатного цинкового раствора.

По курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов» согласно по учебному плану предусмотрено проведение лабораторных занятий в объеме 20 часов. В связи с этим для лучшего усвоения теоретического материала составителями разработан лабораторный практикум для студентов металлургов. В руководство включены описание 7 работ содержащие следующие разделы:

- цель работы;
- теоретические основы процесса;
- необходимые материалы и оборудование;
- методика проведения работы;
- анализ результатов работы;
- контрольные вопросы.

На выполнение каждой работы отведено определённое количество учебного времени, за это время студент должен выполнить работу, оформить и сдать отчет. По завершению эксперимента, в соответствии с указанным в описании работ требованиям, студент должен наводить порядок на рабочем месте, аккуратно оформить отчет. Отчет должен содержать краткую суть процесса, схему установки и оборудования, а также результаты, оформленные в виде таблиц и графиков. При защите отчета студент должен в совершенстве знать ход выполнения всех

операций, выполненной им лабораторной работы и по его итогам сделать правильные выводы, а также уметь объяснить сущность протекающих процессов и химических реакций.

## **ПОЛОЖЕНИЕ О ПРОВЕДЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ ЗАНЯТИЙ**

Прежде чем приступить к лабораторным занятиям студент должен ознакомиться с инструкцией по технике безопасности в химических лабораториях оборудованием и уметь обращаться с реактивами в частности, с горючими легковоспламеняющимися жидкостями, ядовитыми и взрывчатыми веществами. Лабораторные работы выполняются бригадами студентов по 3-4 человека, и результаты эксперимента оформляются в форме отчета каждым студентом в отдельности.

На лабораторных занятиях студенты должны приходить подготовленными к выполнению экспериментальных работ, т.е. знать теоретические основы соответствующего раздела курса, схему устройства лабораторного оборудования, порядок выполнения работы и необходимые расчеты для оформления отчета. Подготовленные студенты проверяются преподавателем путем собеседования.

Не подготовленный к лабораторным занятиям студент не допускается к выполнению лабораторных работ.

## **ПРАВИЛА ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ**

При выполнении лабораторных работ по специальным предметам «Металлургия цветных металлов» необходимо соблюдать следующие правила техники безопасности:

1) В лаборатории необходимо соблюдать трудовую дисциплину (своевременно посещать занятие, эффективно использовать занятие, внимательно следить за указаниями преподавателя).

2) Во время проведения лабораторных работ необходимо следить за состоянием и чистотой оборудования.

3) Необходимо соблюдать трудовую гигиену, соблюдать меры противопожарной безопасности.

4) При выполнении лабораторных работ необходимо пользоваться специальной верхней одеждой и специальной обувью.

5) Каждый студент должен выполнять своё задание выданное преподавателем.

6) Нарушение правил техники безопасности может привести к несчастным случаям. Это надо помнить каждому

Кроме этого, необходимо учесть, что нарушение трудовой дисциплины и правил техники безопасности может повлечь к административной ответственности, иногда даже привлекаются к судебной ответственности.

Учитывая это, все студенты и работники должны безприкасловно выполнять и соблюдать требования указанные на плакатах, предупредительные записи и указания.

Кроме этого, студент при лабораторных занятиях должен соблюдать правила труда, своевременно и точно выполнять задания, которые даны во время эксперимента, конкретно выполнять требования техники безопасности, трудовой гигиены, противопожарной безопасности и должен пользоваться спец. одеждой.

Для предотвращения поражения электрическим током необходимо знать следующее:

а) электрический ток силой 0,1 Ампер опасно для жизни;

б) все оборудования напряжением 42 вольт должны быть заземлены;

в) ни в коем случае не прикасаться к оголённым проводам. При обнаружении оголённых проводов немедленно оповещать преподавателя.

Ядовитые химические вещества должны храниться в отдельных помещениях с предупреждающими надписями.

В такие помещения вход посторонним запрещается.

Каждый студент обязан знать и соблюдать правила пожарной безопасности. При возникновении пожара в электро сети студент должен быстро выключить питание в сети и немедленно вызвать пожарную охрану. При возникновении пожара в электро сети запрещается тушить водой и пенным огнетушителем. Разрешается тушить огонь песком или кислотным огнетушителем.

На рабочем месте обязательно должна находиться аптечка первой медицинской помощи.

При несчастном случае пострадавшее лицо или свидетель этого события должен оповестить руководителя и инспектора по охране труда. Инженер по технике безопасности должен расследовать причину возникновения несчастного случая и составить протокол Н-1.

Перед выполнением лабораторных работ все студенты должны пройти инструктаж по технике безопасности и расписаться в журнале № 2. Кроме вышеуказанных правил студент должен соблюдать следующие правила:

1) Для предотвращения кожных заболеваний возникающих при воздействии растворителей, кислот и других веществ необходимо использовать защитные пасты и смазочные масла.

2) Человека, пораженного электрическим током необходимо освободить от воздействия электрического тока. Если нет возможности быстро отключить установку, то надо немедленно освободить пострадавшего от источника тока. Для этого нужно не прикасаясь к телу пострадавшего аккуратно взять за сухое место одежды и оттащить его.

Для предотвращения несчастных случаев при выполнении лабораторных работ, студенты обязаны строго соблюдать вышеуказанные правила техники безопасности.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1. ОКИСЛИТЕЛЬНЫЙ ОБЖИГ МЕДНОГО СУЛЬФИДНОГО КОНЦЕНТРАТА

(4 часа)

## Цель работы

Ознакомить студентов с процессами окислительного обжига медного сульфидного концентрата, изучить влияние основных технологических параметров на процесс окисления.

## Краткое теоретическое описание работы

Сульфидные медные руды и концентраты перед их пирометаллургической переработкой во многих случаях подвергаются окислительному обжигу. Целью окислительного обжига является частичное удаление серы из материала и перевод сульфидов железа в окислы, легко шлакуемые при последующей плавке.

При подготовке материала, при гидрометаллургической переработке применяется сульфатизирующий обжиг, в процессе которого извлекаемый металл переводят в легкорастворимые соединения (сульфаты и окислы), а также в трудно растворимые окислы.

Окислительный обжиг может осуществляться в многоподовых печах с механическим перегибанием, в кипящем слое и во взвешенном состоянии. Последние виды обжига являются наиболее интенсивными и экономичными.

В большинстве случаев окислительным обжигом сульфидный материал подготавливается для последующей плавки в отражательных и электрических печах. В целях лучшей подготовки материалов к плавке обжигу подвергается вся шихта, в состав которой, кроме сульфидных руд и концентратов, входят такие флюсы как кварц и известняк.

В процессе обжига отдельные компоненты шихты тщательно перемешиваются, и теоретически подготавливаются к плавке. Шихта окислительного обжига содержит сульфиды различных металлов (пирит, халькопирит, халькозин, ковеллин, борнит, сфалерит, галенит, иногда арсенопирит, сурьмяный блеск и др.), породообразующих минералов (кварц, известняк, глинозем и др.), небольшое количество сульфатов, благородные металлы, влагу и др.

В отличие от окислительного обжига шихта сульфатизирующего обжига не содержит флюсов и состоит только из руды или концентрата.

В процессе обжига в шихте происходят различного рода физико-химические превращения, связанные с воздействием высокой температуры, газовой фазы и взаимным воздействием отдельных компонентов, что приводит к изменению состава исходного материала. Чтобы это изменение происходило в желаемом направлении, в обжиговой печи поддерживается необходимая температура и состав газовой фазы.

Поступая в обжиговой агрегат, шихта нагревается, воспринимая тепло футеровки печи и горячих печных газов. Для того, чтобы протекал обжиг, материал должен быть нагрет до температуры воспламенения основных сульфидов.

Под температурой воспламенения подразумевается такая температура, при достижении которой окисление сульфида идет настолько интенсивно, что выделяющееся при этом тепло становится достаточным для самопроизвольного распространения процесса во всей массе материала.

Температура воспламенения отдельных сульфидов различна. Она не является неизменной физико-химической константой, а меняется в зависимости от свойств сульфида и изменения внешних условий (крупности зерен сульфида, скорости его нагрева, влажности воздуха и т.д.).

Показатели обжига (производительность печи, степень выгорания серы и т.д.) зависят от целого ряда факторов, важнейшими из которых являются: минералогический состав материала, температура процесса, скорость подачи дутья, концентрация в нем кислорода, крупность частиц шихты и интенсивность ее перемешивания.

Образования окислов или сульфатов при обжиге сульфидов происходит по следующим конечным реакциям:



Из металлов сульфатов наименее стойкими являются сульфаты железа, которые заметно диссоциируют уже при температурах 480-520<sup>0</sup>С в атмосфере воздуха; сульфат меди более устойчив и начинает заметно разлагаться при температурах 600-650<sup>0</sup>С. В присутствии других веществ (сульфидов, окислов железа, кремнезёма) давление

диссоциации сульфатов значительно увеличивается. В связи с этим сульфатизирующий обжиг медных концентратов обычно ведут при температуре  $600^{\circ}\text{C}$ . В условиях повышенной концентрации окислов серы в печных газах (например, в печи кипящего слоя) температурный предел обжига может быть несколько повышен.

Задачей настоящей работы является изучение влияний температуры и состав газовой фазы на характер обжига.

### **Необходимые материалы и оборудования**

Опыты окислительного обжига медного концентрата (шихты) проводятся в лабораторной муфельной печи. Для работы необходимо приготовить:

1. Компрессор.
2. Секундомер.
3. Реометр.
4. Медный концентрат различной крупностью и известным химическим составом.
5. Весы технические.

При выполнении работы переменными являются следующие параметры:

1. Продолжительность обжига (10,20,30 мин.).
2. Крупность концентрата (-0,074мм, +0,074мм).

### **Методика выполнения работы**

Опыты окислительного обжига проводятся при температуре при  $800^{\circ}\text{C}$ .

1. Концентрат подвергается ситовому анализу и подготавливается фракция по 50 г.

2. Концентрат разных размеров взвешивается на технических весах в необходимом количестве (по заданию преподавателя) и засыпается в тигель, затем тигель помещается в печь разогретую до необходимой температуры.

3. После загрузки, в печь поступает воздух под давлением.

4. Фиксируется время начала лабораторной работы. После окончания времени заданного преподавателем, образец вынимается из печи и охлаждается, затем берется 1 г. образца и определяется содержание серы в нём.

5. В печь загружается новая порция концентрата, и эксперимент продолжается заново, но при другом времени.

6. В протяжении времени и при постоянной температуре обжиг ведётся на поверхности концентратов другой крупности.

7. После завершения каждого эксперимента, открывается циклон и измеряется количество пыли.

### Анализ результатов эксперимента

1. Полученные результаты эксперимента вносятся в табл. 1.

Таблица 1.

#### Результаты окислительного обжига

Значимость обжига	Продолжительность процесса, мин.			Крупность частиц, мм	
	10	20	30	-0,074	+0,074
1. Масса огарка, г.					
2. Выход огарка, %					
3. Количество серы, % - в концентрате - в огарке					
4. Степень десульфуризации, %					

2. На основе полученных данных рассчитывается рациональный состав медного концентрата (приложение 1), результаты обжига и расчет шихты (приложение 2).

3. Изучается влияние различных параметров на результаты окислительного обжига.

### Контрольные вопросы

1. Зачем необходимо подвергать сульфид меди окислительному обжигу?

2. Цели и задачи данной лабораторной работы?

3. Какие необходимы материалы и оборудования для выполнения данной работы?

4. Объясните принцип работы установки лабораторной работы?

5. Расскажите порядок выполнения работы?

6. Как рассчитывается степень десульфуризации?

7. Какие печи применяются при обжиге?

8. Преимущества обжига в печах кипящего слоя?

9. Как рассчитывается рациональное содержание медного концентрата?

10. В чём разница условий между сульфатизирующим и окислительным обжигом?

### Литература

1. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Худояров С.Р. «Огир рангли металлар металлургияси» фанидан тажриба ишларини бажариш учун методик кулланма. Тош. дав. техн. ун-ти; 2003. 62 б.

2. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Валиев Х.Р. Лабораторный практикум по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов». Тошк. гос. техн. ун-т. Типография ТашГТУ. 2001. 20 с.

3. Смирнов В.И., Тихонов А.И. Обжиг медных руд и концентратов. М., «Металлургия», 1976.

4. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов. М.: Metallurgy, 1977, 255 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2 ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ МЕДИ ИЗ ОБОЖЖЁННОГО КОНЦЕНТРАТА (ОГАРКА)

(4 часа)

### Цель работы

Ознакомить студентов с процессом выщелачивания меди из обожжённого концентрата, изучить влияние основных технологических параметров на процесс выщелачивания.

### Краткое теоретическое описание работы

В настоящее время около 15 % всей производимой в мире меди получают путём гидрометаллургической переработки руд, отвалов, забалансовых руд и подземным выщелачиванием отработанных участков месторождений.

В связи с наличием в руках человечества мощных средств разрушения горных пород (атомные и термоядерные взрывы) и совершенной сорбционной техники извлечения металлов из бедных растворов (ионный обмен, экстракция и ионная флотация) созданы условия для перехода к добычи меди без выемки горной массы, её обогащения и т.д. В ближайшие годы подземное выщелачивание меди станет основным способом производства.

Сущность гидрометаллургического способа получения меди заключается в обработке раздробленной руды селективным растворителем. При кислых вмещающих породах в качестве селективного растворителя применяют разбавленные растворы серной кислоты (медь представлена окисленными минералами) или подкисленные растворы сульфата окиси железа (для растворения сульфидных медных минералов). В случае основных вмещающих пород для растворения меди (самородная и окисленная медь) применяют растворы аммиака и аммиачных солей.

Растворение медных минералов серной кислотой протекает по следующим реакциям:



Наряду с этими реакциями при выщелачивание меди протекает ряд побочных реакций, в частности, растворение в присутствующей

руде окиси железа с образованием сульфата трехвалентного железа. Это соединение способно выщелачивать вторичные сульфиды меди, присутствующие в руде (смешанные руды), что вызывает дополнительное извлечение металла:

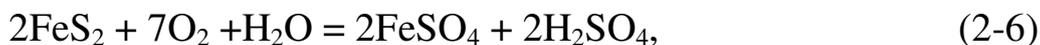


Растворы, образующиеся при серноокислотном выщелачивании огарка с содержанием от 25 до 45 г/л направляются на электроосаждение меди. Электролиз меди проводят в ванне с нерастворимыми анодами (сурьмянистый свинец). Отработанный электролит, содержащий 60-70 г/л свободной серной кислоты и 14-16 г/л меди, используется для выщелачивания новых партий огарка и окисленной руды.

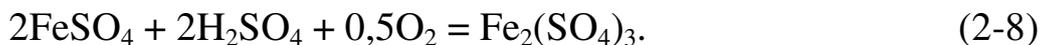
Если при выщелачивании руды получают бедные по меди растворы (5-10 г/л), то выделение из них металла осуществляется способом цементации, железным скрапом:



Химизм процесса выщелачивания начинается с реакциями окисления сульфидов меди и железа (халькопирит и пирит):



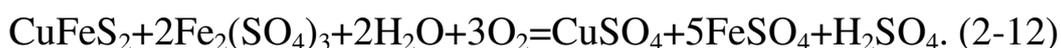
Сероокисляющие бактерии, живущие в медных и железных карьерах, интенсивно окисляют сульфаты железа по реакции:



Раствор  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  – является хорошим растворителем вторичных сульфидов железа и меди:



Серо и железноокисляющие бактерии окисляют, также как и халькопирит:



## **Необходимые материалы и оборудования**

1. Огарок (продукт из предыдущей лабораторной работы) с известным химическим составом.
2. Раствор, содержащий 50 г/л серной кислоты.
3. Раствор, содержащий 50 г/л сульфатной кислоты и 2,5 г/л.
4. Специальная лабораторная установка (рис.2).
5. Фарфоровый стакан объёмом 250 мл.
6. Мерный цилиндр или мензурка.
7. Конусная колба.
8. Пипетка.
9. Электрическая плита.
10. Перекись водорода.
11. Раствор аммиака.
12. Дистиллированная вода.
13. Бифторид аммония.
14. Весы технические.

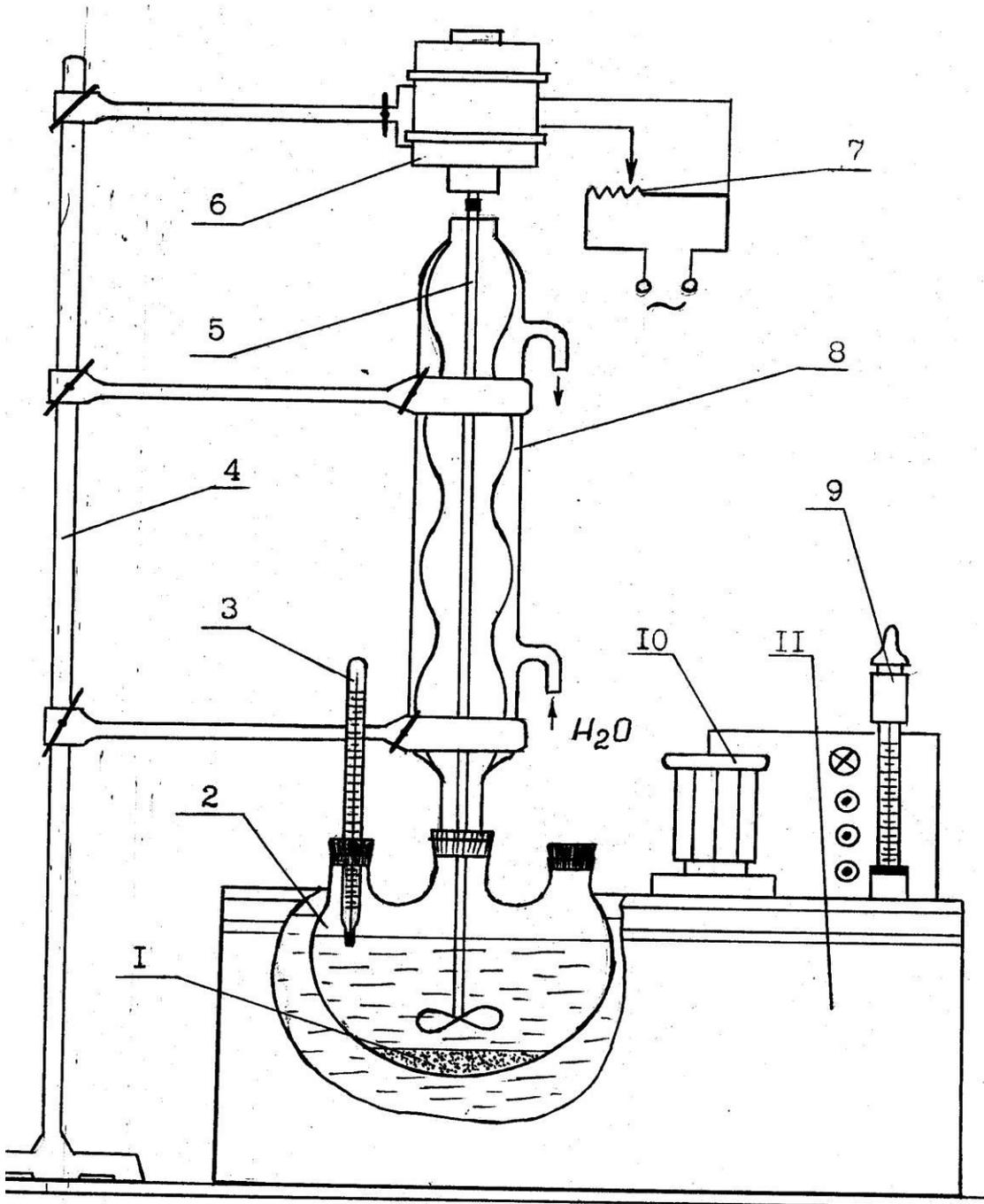
## **Принцип работы лабораторной установки**

Принцип работы лабораторной установки (рис.1.), заключается в следующем.

1. Проверяется годность установки к работе;
2. Сначала в трехгорловую колбу помещается точно взвешенная навеска, а затем вводится необходимое количество растворителя.
3. Приготовленная масса нагревается до необходимой температуры с помощью плиты.
4. Перемешивание ведётся одновременно с нагреванием.
5. Эта операция ведётся в течении определённого времени.
6. После окончания работы определяется количество остатка серной кислоты в растворе (приложение 4) и процент эффективности использования.

## **Методика выполнения работы**

Выщелачивание производится в специальной лабораторной установке. В фарфоровый стакан ёмкостью 250 мл насыпается навеска огарка равная 20 г. и заливается растворитель. Выщелачивание меди производится при интенсивном перемешивании пульпы посредством мешалки с регулируемым числом оборотов посредством лабораторного автотрансформатора (ЛАТР). Выщелачивание ведут при заданной температуре. Фарфоровый стакан



**Рис.1. Установка для выщелачивания обожжённого медного концентрата.**

- |                       |                                 |
|-----------------------|---------------------------------|
| 1.Твердая фаза;       | 7. ЛАТР;                        |
| 2.Трехгорловая колба; | 8. Холодильник;                 |
| 3.Термометр;          | 9. Контактный термометр;        |
| 4.Укрепляющий штатив; | 10.Электродвигатель термостата; |
| 5.Мешалка;            | 11. Термостат.                  |
| 6.Электродвигатель;   |                                 |

нагревают на электрической плитке, плитка включается и выключается вручную в зависимости от показания термопары опущенного в пульпу. Зная содержание меди в огарке, вещественный состав соединений меди определяется стехиометрический расход серной кислоты, соответствующий полному переводу меди в раствор. По количеству растворителя во взятом объеме раствора и стехиометрическому количеству, находят во сколько раз практический расход кислоты превышает, теоретический.

В процессе проведения опытов можно выяснить влияние следующих факторов на полноту извлечения меди в раствор:

1. Температура пульпы.
2. Продолжительность выщелачивания.
3. Отношение жидкого к твердому.
4. Введение в раствор кислоты сульфата окиси железа.

Преподаватель в каждом конкретном случае задает условия проведения выщелачивания. Обычно опыты ведут при температуре 45-50 °С, отношение Ж:Т=6:1 (с допущением, что удельный вес равен 1), в течении 45 мин.

После окончания опыта мешалку и плиту отключают. После отстаивания пульпы в колбе около половины осветленного раствора декантируют и фильтруют через бумажный фильтр. Из фильтрата пипеткой отбирают 10 мл раствора и переносят пробу в коническую колбу. В коническую колбу для определения концентрации меди, перешедший в раствор добавляют 0,5 мл перекиси водорода, 10 мл раствора аммиака (1:1), 50 мл дистиллированной воды и кипятят на плитке в течении 20 минут для полного разложения перекиси (до прекращения выделения мелких пузырьков газа из раствора). Перекись водорода добавляется с целью перевода железа в трехвалентную форму, а также части одновалентной меди в двухвалентное состояние.

После охлаждения и перевода в раствор выделившегося осадка гидроокиси железа (III) к пробе добавляют бифторид аммония (раствор должен иметь слегка голубой цвет или быть бесцветным) непрерывно перемешивая колбу с пробой.

Определение меди в растворе производится йодометрическим методом.

### **Анализ результатов эксперимента**

Расчет извлечения меди в раствор производится по следующей формуле:

$$E = \frac{100 \times V \times T \times A \times 100}{H \times a} \times 100$$

где, E - извлечение меди в раствор, %;

V - объем раствора гипосульфита, пошедшего на титрование 10 мл медьсодержащего раствора;

T - титр раствора гипосульфита по меди, г/мл;

A - содержание меди в огарке, %;

H - количество огарка, для проведения лабораторной работы, г;

a - содержание меди в огарке, %.

### **Контрольные вопросы**

1. Цель и задачи данной работы.
2. Цель выщелачивания огарка.
3. Необходимые материалы и оборудование для проведения лабораторной работы.
4. Методика проведения работы.
5. Расчет результатов эксперимента.
6. Из каких частей состоит установка.
7. Принцип работы установки.
8. Суть гидрометаллургического получения меди.
9. Какие реакции происходят при выщелачивании огарка серной кислотой.
10. Какие параметры влияют на скорость перехода меди в раствор.

### **Литература**

1. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Худояров С.Р. «Огир рангли металлар металлургияси» фанидан тажриба ишларини бажариш учун методик кулланма. Тош. дав. техн. ун-ти; 2003. 62 б.
2. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Валиев Х.Р. Лабораторный практикум по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов». Тошк. гос. техн. ун-т. Типография ТашГТУ. 2001. 20 с.
3. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Рахмонов Н. М. Тахлилнинг физика-кимёвий усуллари. Тошкент. 2001 й. 24 б.
4. Смирнов И.И. Гидрометаллургия меди. М., Metallurgizdat, 1978. 221 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3 ОСАЖДЕНИЕ МЕДИ ИЗ РАСТВОРОВ МЕТОДОМ ЦЕМЕНТАЦИИ

(2 часа)

### Цель работы

Ознакомить студентов с процессом осаждения меди из растворов методом цементации, изучить влияние основных технологических параметров на процесс цементации меди.

### Краткое теоретическое описание работы

Цементация меди железной стружкой широко применяется для осаждения меди из растворов, полученных при кучном и подземном выщелачивании окисленных и смешанных промышленных и забалансовых руд. Растворы почти всегда содержат некоторое количество свободной серной кислоты (0,5-3,0 г/л), сернокислого окисного (0,5-2,5 г/л) и закисного (0,5-1,5 г/л) железа и 0,5-1,5 г/л меди.

В процессе цементации анодом является металл - осадитель (железо), а катодом осаждаемый из раствора металл (медь). Скорость цементации, полнота осаждения меди, характер осадка, расход железа и другие параметры процесса зависят от целого ряда факторов: кислотность раствора, расход собирателя, влияние неорганических веществ, температуры и продолжительности процесса.

Выделяющаяся при окислении сульфидов меди и пирита серная кислота растворяет окисленные минералы меди по реакциям, приведенным при описании работы №3.

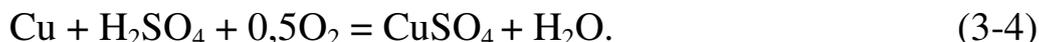
Выделение меди из продукционных растворов осуществляется с помощью железного скрапа (железный лом, стружка, консервные банки, губчатое железо, магнитная фракция клинкера цинковых заводов и т.д.). Цементация меди железом происходит по реакции:



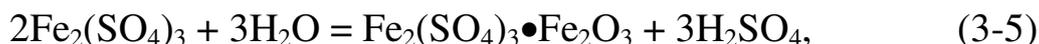
Наличие в продукционных растворах примесей обуславливает протекание побочных реакций, вызывающих дополнительный расход осадителя:



Часть осажденной меди обратно растворяется свободной серной кислотой, (цементация ведется в среде, содержащей до 5-10 г/л серной кислоты) в присутствии растворенного кислорода:



При недостатке свободной серной кислоты осадок цементной меди загрязняется основным сульфатом и гидратом железа, образующихся по реакции:



Извлечение меди в цементный осадок обычно составляет около 90%. Цементный осадок, содержащий 60-65% меди, направляют на отражательную плавку или после подсушки, в качестве холодной присадки в операцию конвертирования медных штейнов.

### **Необходимые материалы и оборудования**

1. Раствор, содержащий медь (результаты пройденной лабораторной работы).
2. Магнитная мешалка.
3. Секундомер.
4. Стеклянный стакан.
5. Фарфоровый стакан.
6. Измерительный цилиндр.
7. Металлический скрап.
8. Ступка.
9. Термометр.
10. Пипетка объемом 10 мл .
11. Колба вместимостью 250 мл.

### **Методика проведения работы**

Исходный раствор меди содержит (г/л): меди - 1,5-2,0, серной кислоты - 3,0-5,0 и сернокислого окисного железа - 1,5-2,5. Отбирают две пробы раствора объемом по 250 мл каждая и заливают в стеклянный стакан. К раствору в первом стакане добавляют стехиометрическое количество осадителя (железный скрап), к

раствору во втором стакане – добавляют количество осадителя, рассчитанное с учетом побочных реакций (3-3) и ниже приведенной реакции:



Цементацию ведут при механическом перемешивании в течение 20-25 мин. Через каждые 5 минут отбирается из каждого стакана проба объемом 10 мл в которой йодометрическим способом определяется содержание меди (см. описание работы № 2).

### **Обработка результатов опытов**

В отчете по работе дается краткое описание сущности кучного, отвального и подземного выщелачивания меди из окисленных и смешанных руд и более подробно осаждение меди из раствора методом цементации.

По содержанию меди в пробах, отобранных по ходу опыта, строится график в координатах: время - извлечение меди в осадок. На основании анализа опытных кривых дается определение необходимого расхода осадителя, а также заключение о влиянии избытка железного скрапа на скорость процесса.

### **Контрольные вопросы**

1. Цель и задачи данной работы.
2. Цель осаждения меди из растворов методом цементации.
3. Необходимые материалы и оборудование для проведения лабораторной работы.
4. Методика проведения работы.
5. Расчет результатов эксперимента.
6. Химизм процесса осаждения меди из растворов методом цементации.
7. Какие факторы влияют на полноту осаждения меди из растворов.
8. Суть гидрометаллургического получения меди.
9. Какие реакции происходят при осаждении меди из растворов.

## Литература

1. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Валиев Х.Р. Лабораторный практикум по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов». Тошк. гос. техн. ун-т. Типография ТашГТУ. 2001. 20 с.
2. Смирнов И.И. Гидрометаллургия меди. М., Metallurgizdat, 1978. 221 с.
3. Каковский И.А., Набойченко. Термодинамика и кинетика гидрометаллургических процессов. Алма-Ата, Наука. 1986. 270 с.
4. Смирнов В.И. Metallургия меди и никеля. М., Metallurgizdat, 1980, 235 с.
5. Гудима Н.В. и др. Технологические расчеты в металлургии тяжелых цветных металлов. М.: Metallургия, 1977, 255 с.
6. Ванюков. Комплексная переработка медного и никелевого сырья. М.: Metallургия, 1986, 355 с.
7. . В. Metallургия свинца и цинка. М. Metallургия. 1985 с. 262.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4**  
**ИЗУЧЕНИЕ ВОЗМОЖНОСТИ ИЗВЛЕЧЕНИЯ МЕДИ ИЗ**  
**РАЗЛИЧНЫХ МЕДЬСОДЕРЖАЩИХ ПРОДУКТОВ**  
(4 часа)

**Цель работы**

Ознакомить студентов методами извлечения меди из различных медьсодержащих продуктов.

**Краткое теоретическое описание работы**

Одним из основных условий дальнейшего расширения отечественного производства цветных металлов и в том числе меди, является усовершенствование действующих и внедрение новых технологических процессов. В этом плане задача создания рациональной и комплексной переработки сложных в технологическом отношении полиметаллических промпродуктов, является весьма актуальной.

В настоящее время в Узбекистане из медно – молибденового продукта не извлекается медь из-за отсутствия приемлемой технологии. Задача создания рациональной, комплексной и безотходной технологии извлечения меди из медно – молибденового продукта с учетом охраны окружающей среды, является весьма актуальной. Этим определяется актуальность поставленных в лабораторной работе проблем и отвечает основным направлениями по созданию научных основ комплексного освоения месторождений полезных ископаемых и охраны недр.

Цель работы заключается в разработке эффективных экономических и экологически безвредных технологических процессов извлечения ценных составляющих медно – молибденового продукта в условиях термодорообработки, выщелачивание в различных средах и ионной флотацией.

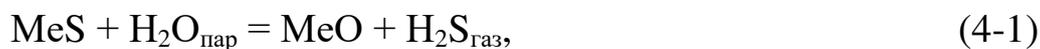
При термодорообработке медно-молибденового продукта протекает ряд химических реакций, которые подразделены на следующие группы:

1. Возгонка легколетучих веществ, в том числе флотомасло.
2. Разложение серосодержащих минералов: халькопирита, пирита, полусернистой меди, арсенопирита и др.
3. Окисление основных минералов в присутствии водяного пара (из термодинамических расчетов видно, что прямая взаимодействия молибденита, сульфидов меди и железа с водяным паром не возможно, взаимодействие идет с  $SO_2$ ).

Удаление серы начинается от 150<sup>0</sup>С. Увеличение расхода водяного пара способствует ускорению удаления серы из продукта. При относительно низкой температуре оно возрастает пропорционально, а при высоких температурах, количественное удаление свободной серы может быть достигнуто при относительно низких расходах водяного пара.

Еще одна положительная сторона термообработки - очистка продукта от вредных примесей. Как было сказано выше, начиная с 400<sup>0</sup>С при термопарообработке медно-молибденового продукта происходит удаления серы из состава сульфидных минералов: пирита, полусернистой меди, сульфида железа (II) и др.

Установлено, что сульфиды металлов в присутствии водяного пара окисляется по формуле:



Само собой разумеется, что посторонние сульфидные и несульфидные составляющие осложняют процесс обжига. В частности, очевидно, что чем меньше эти составляющие в перерабатываемом материале, тем ограниченнее возможность образования молибдатов. Регулирование температуры процесса в узком интервале затруднительно как само по себе, так и вследствие неизбежных местных перегревов на поверхности горящих частиц сульфидов, выделения тепла от сгорания углерода и серы, а также сорбированных при флотации органических флотореагентов.

Полнота окисления продукта при термопарообработке зависит от некоторых параметров: от крупности частиц промпродукта, от температуры, от продолжительности опытов, от скорости подачи пара и скорости вращения печи. Чем меньше содержание серы в остаточном количестве огарка, тем выше полнота окисления продукта.

В зависимости от температуры, продолжительности процесса и расхода водяного пара, выход огарка составляет от 65 до 75 %.

Термопарообработка концентрата при оптимальном температурном режиме во времени приводит к уменьшению массы навески продукта и росту содержания молибдена и меди в нем. Однако, через определенное время содержание металлов в огарке снижается, что указывает на возможность частичной возгонки продуктов при 800<sup>0</sup>С, при длительной термической обработке продукта.

Термопарообработка обеспечивает получение огарков с низким содержанием общей серы (<1,1 %), что трудно достигнуть при обжиге с традиционными методами. Кроме того, в огарке отсутствует  $\text{CuMoO}_4$ , который всегда препятствовал разделению молибдена от меди в последующем цикле. Это объясняется тем, что  $\text{CuMoO}_4$  разлагается выше  $700^\circ\text{C}$  с образованием оксидов меди и молибдена.

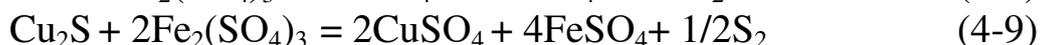
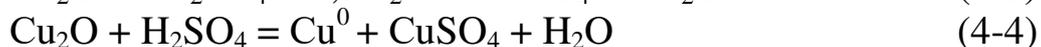
Для подтверждения эффективности и оценки качества продуктов термопарообработки пробы охлаждают в эксикаторе и далее подвергают гидрометаллургической переработке.

При выборе растворителя, для выщелачивания продукта термопарообработки, учтены многие факторы, из которых главными являются:

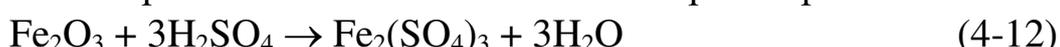
- 1) химическая и физическая природа продукта термообработки;
- 2) стоимость растворителя;
- 3) коррозионное действие растворителя на аппаратуру;
- 4) селективность действия растворителя по отношению к выщелачиваемому продукту;
- 5) возможность регенерации растворителя.

Для выщелачивания продукта термопарообработки медно-молибденового продукта наиболее подходит серная кислота. Серная кислота, является хорошим растворителем окисленных медных минералов ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ,  $\text{CuO}$ ), при этом растворимость  $\text{MoO}_3$  незначительна, а  $\text{MoO}_2$  категорически не растворяется. Также серная кислота отличается низкой стоимостью и оказывает сравнительно слабое коррозионное действие на гидрометаллургическому аппаратуру.

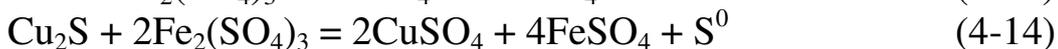
При выщелачивании продукта термопарообработки серной кислотой протекают реакции с участием основных минералов и примесей ( $\text{FeO}$ ,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{PbO}$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ):



Такие примеси как окись железа также растворяются:



образующийся  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  взаимодействует с соединениями меди:



Металлическая медь хорошо растворяется в присутствии сульфата трехвалентного железа в подкисленных растворах:



Закисное железо при наличии в пульпе кислорода снова окисляется до окисного железа по реакции



сульфат трехвалентного железа восстанавливается до  $\text{FeSO}_4$ . Обратное окисление  $\text{FeSO}_4$  до  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  с целью регенерации растворителя осуществляется продувкой воздухом.

Таким образом, в пульпе всегда имеется некоторое количество сернокислого трехвалентного железа – окислителя сульфидов, но растворение сульфидов протекает медленнее, чем реакция растворения оксидов. Это дает возможность дополнительного окисления минералов меди.

Для флотации ионов из сернокислого раствора выбран собиратель диэтилдиокрбамовая кислота натрия ДЭДТКН.

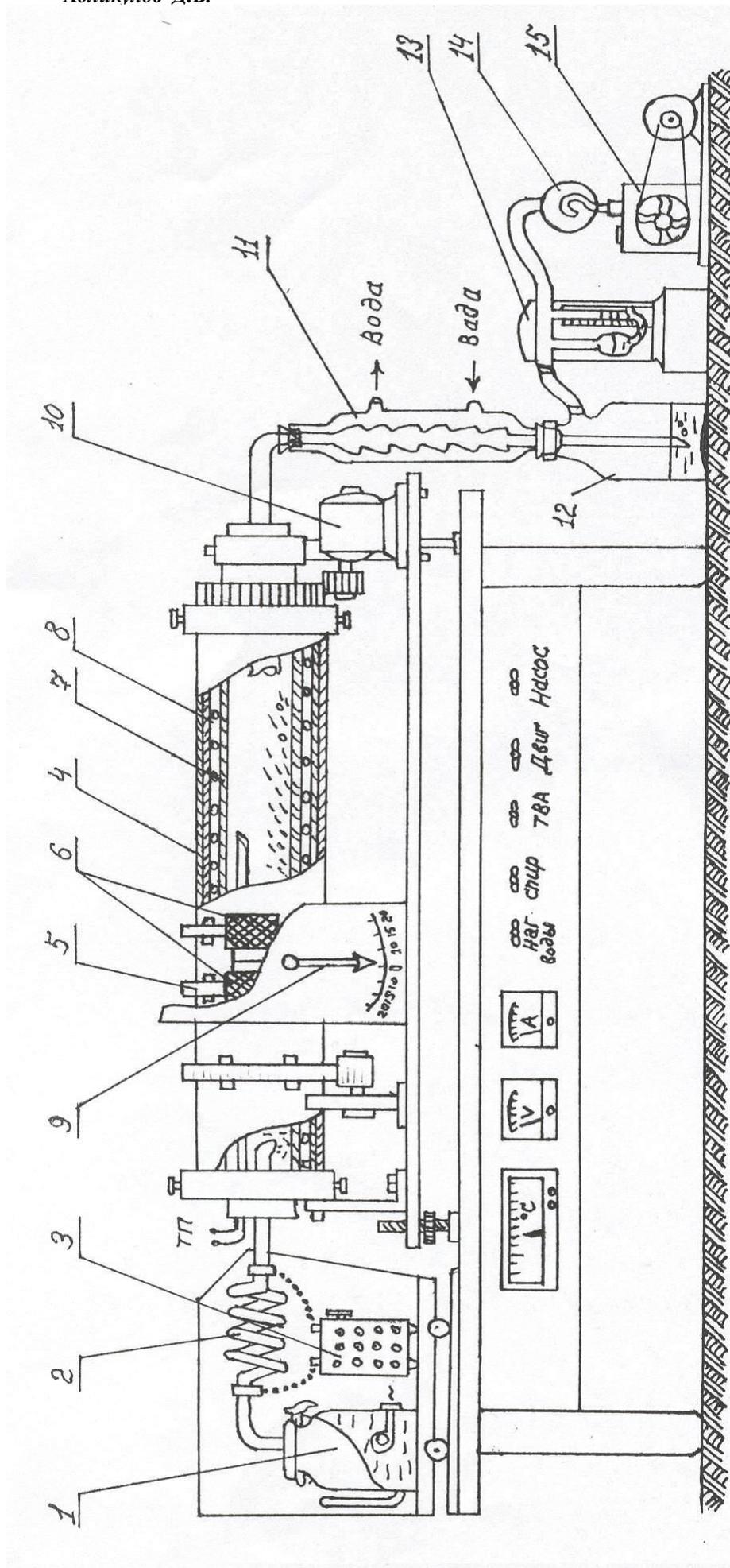
ДЭДТКН - известный ПАВ собиратель, он является солью слабой диэтилдиокрбамовой кислоты натрия и давно используется в обычных флотационных процессах и имеет следующие преимущества:

- ДЭДТКН образует весьма прочные, устойчивые в кислых средах, нерастворимые соединения со всеми тяжелыми металлами и достаточно устойчив в растворах с низким значением pH;
- реагент доступен;
- сравнительно нетоксичен, ПДК составляет 0,5 мг/дм<sup>3</sup>;
- реагент сравнительно недорог.

Извлечение ионов металлов зависит от расхода собирателя, типа собирателя, от природа газа и расход газа.

### **Необходимые материалы и оборудования**

1. Медно–молибденовый продукт АГМК;
2. Установка для термopарообработки (рис. 2);



**Рис. 2.** Лабораторная установка для термообработки продукта.

- |                                       |                             |   |
|---------------------------------------|-----------------------------|---|
| 1 - парогенератор;                    | 6 - графитовый контакт;     | 11 - холодильник;                                     |
| 2 - трубчатая спираль;                | 7 - кварцевая труба;        | 12 - приемник конденсата;                             |
| 3 - автотрансформатор АСОН;           | 8 - спираль нихром;         | 13 - манометр;  |
| 4 - трубчатая вращающаяся печь (ТВП); | 9 - указатель наклона печи; | 14 - стеклянный шар для стабилизации подсоса воздуха; |
| 5 - контактное кольцо;                | 10 - двигатель;             | 15 - воздушный насос;                                 |

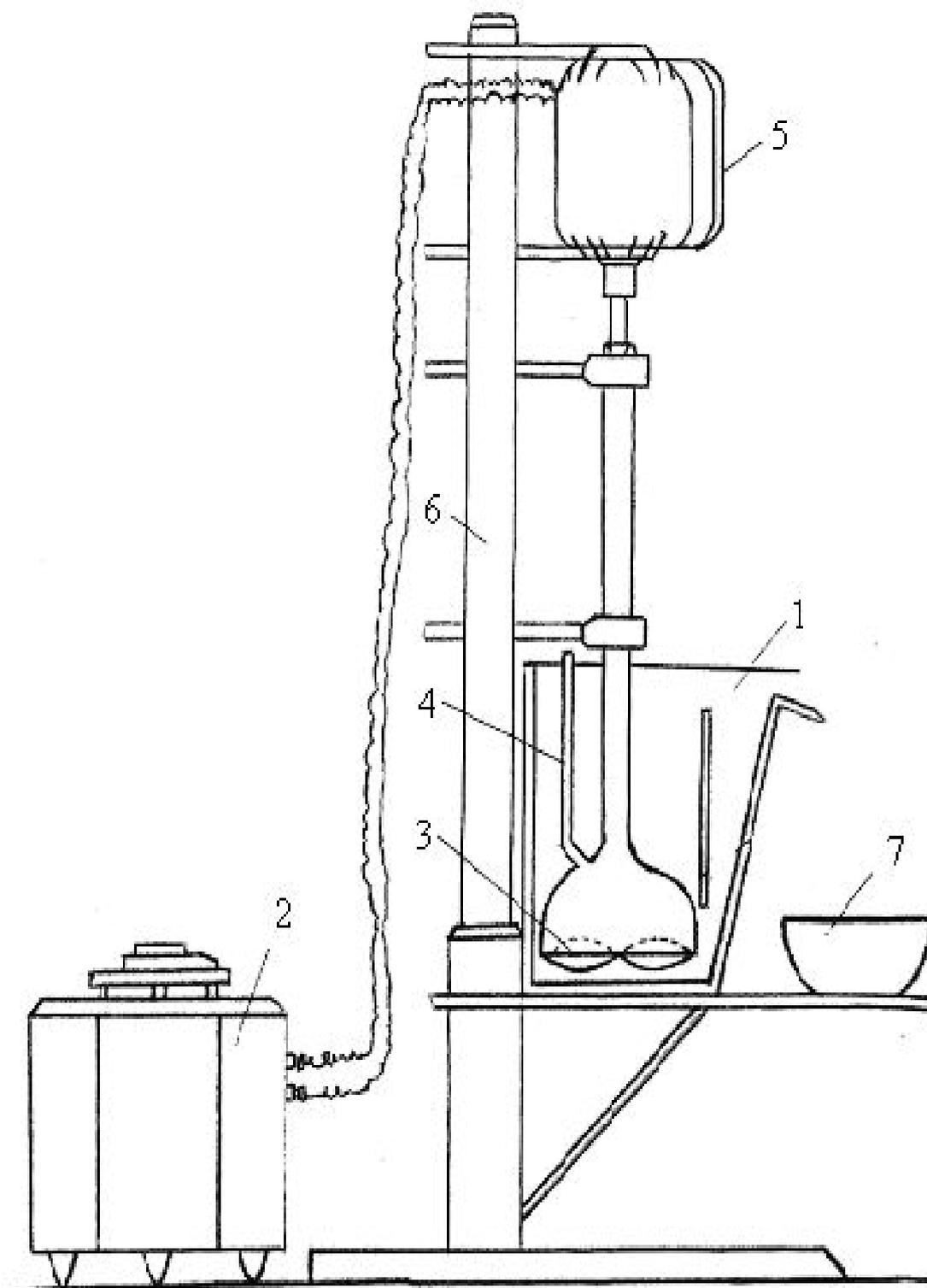
3. Установка для выщелачивания продукта термopарообpоботки (рис. 1);
4. Установка для извлечения металлов ионной флотацией (рис. 3).
5. Раствор, содержащий 150 г/л серной кислоты.
6. Фарфоровый стакан объемом 250 мл.
7. Мерный цилиндр или мензурка.
8. Конусная колба.
9. Пипетка.
10. Электрическая плита.
11. Дистиллированная вода.
12. Весы технические.
13. ДЭДТКН.

### **Методика проведения лабораторной работы**

Методика эксперимента заключается в следующем: продукт крупностью  $-0,074$  мм сушится при температуре  $105^{\circ}\text{C}$  до постоянного веса, после чего пробу переносят в трубчатую вращающуюся печь. Когда температура печи достигает  $250^{\circ}\text{C}$ , в печь подают сухой пар от парогенератора. После окончания эксперимента установку охлаждают, навеску извлекают и взвешивают, определяют разницу исходной и конечной массы, по которой судят о степени окисления. Отходящие газы последовательно проходят через два поглотительных сосуда, содержащие растворы сернистой меди и перекись водорода, соответственно. После окончания эксперимента из поглотителей отбирают пробу для анализа на содержание  $\text{H}_2\text{S}$  и  $\text{SO}_2$ . По содержанию серы в поглотительных растворах судят о степени разложения медно-молибденового продукта. Обработанный таким образом продукт является исходным продуктом для агитационного выщелачивания меди.

Принцип работы установки для выщелачивания продукта приведен в лабораторной работе № 2. Во время эксперимента заданное отношение Ж:Т поддерживают добавлением объема промывки, равного объема аликвотной части, взятой для проведения анализов через определенные промежутки времени.

Флотацию ионов меди и молибдена из растворов осуществляют во флотомашине емкостью 200 мл. Флотокамера изготовлена из органического, импеллер и статор – из обыкновенного стекла. Подача воздуха производится через трубку, внутри которой вращается вал импеллера.



**Рис. 3. Схема установки для флотации ионов.**

- |                                |                                      |
|--------------------------------|--------------------------------------|
| 1 – флотокамера;               | 5 – мотор;                           |
| 2 – стартер;                   | 6 – штатив;                          |
| 3 – импеллер;                  | 7 – фарфоровые чашки<br>для «пенки». |
| 4 – труба для подсоса воздуха; |                                      |

Изменение рН раствора проводится путем добавки серной кислоты. Для контроля концентрации ионов водорода используется лабораторный универсальный рН-метр марки ЛПУ-01 с хлорсеребряным электродом.

Расход воздуха регулировался изменением скорости вращения импеллера. Об извлечении меди и молибдена в пенку (пенка – продукт ионной флотации состоящей из химического соединения собирателя с ионами металлов и из некоторого количества, не прореагировавшего с ионами металла) судят по ее остаточной концентрации в растворе, после флотации.

### Анализ результатов эксперимента

1. Результаты термopарообpаботки занести в табл. 2.

Таблица 2 .

#### Результаты экспериментов термopарообpаботки

Продолжительность процесса, час	Температура, °С	Убыль в массе продукта		Удаление серы, %	
		г	%	S <sub>эл</sub>	S <sub>об</sub>
0,5	600				
	700				
	800				
1	600				
	700				
	800				
1,5	600				
	700				
	800				

2. Результаты выщелачивания занести в табл. 3.

Таблица 3.

#### Состав осадка

№ опыта	Концентрация H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> , г/л	Продолжительность, мин	Компоненты, %	
			Mo	Cu
1				
2				
3				
4				
5				

3. Построить график зависимости извлечения ионов меди от продолжительности и расхода собирателя.

### **Контрольные вопросы**

1. Цель и задача лабораторной работы?
2. Цель термopарообpотки пpодукта?
3. Цель выщелачивания пpодукта термopарообpотки?
4. Цель ионной флотации металлов из сернокислых растворов?
5. Какой состав огарка?
6. Необходимые материалы и оборудования для проведения лабораторной работы?
7. Методика проведения работы?
8. Расчет результатов эксперимента?
9. Какие реакции происходят, при термopарообpотки?
10. Какие реакции происходят, при выщелачивании?

### **Литература**

1. Смирнов И.И. и др. Параметаллургия – перспективное направление в цветной металлургии. Красноярск: Изд-во Кранояр. Ун-та, 1987.

2. Абдурахманов С.А., Холикулов Д.Б. Комплексная переработка медно-молибденового сырья. Международная научно-практическая конференция «Ресурсовоспроизводящие, малоотходные и природоохранные технологии освоения недр». Материалы первой международной конференции (Москва, 16-18 сентябрь 2002 г.). –М.: Изд-во РУДН. 2002. с. 144-145.

3. Холикулов Д.Б. Очистка молибденового концентрата от меди. Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук. Навои. 2006. с. 119.

4. Холикулов Д.Б. Молибден ярим маҳсулотини кизиган буғ ёрдамида қайта ишлаш. Ўзбекистон мустақиллиги - унинг фани ва технологияларини ривожлантириш кафолатлари. Бешинчи республика илмий конференцияси. Тошкент, 2001. с. 233-237.

5. Смирнов В.И., Тихонов А.И. Обжиг медных руд и концентратов. М., «Металлургия», 1976.

6. Ванюков. Комплексная переработка медного и никелевого сырья. М.: Metallurgy, 1986, 355 с.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5 ОБЖИГ ЦИНКОВОГО КОНЦЕНТРАТА (2 часа)

### Цель работы

Изучение влияния основных технологических параметров на показатели обжига сульфидных цинковых концентратов.

### Краткие теоретические сведения

В настоящее время цинк получается двумя основными способами – пирометаллургическим (дистилляционным) и гидрометаллургическим (электролитным).

Исходным сырьем для получения цинка, является сульфидные цинковые концентраты. Независимо от способа получения металлического цинка первой операцией переработки концентратов является их окислительный обжиг.

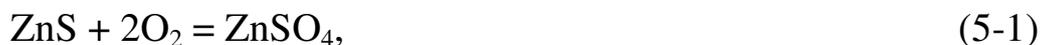
Для пирометаллургического способа получения цинка, наряду с окислительным обжигом концентратов также требуется еще их агломерация. На пирометаллургических заводах операции обжиг и агломерацию концентрата иногда совмещают, и проводятся на агломерационной машине при максимальной температуре 1250-1300<sup>0</sup>С.

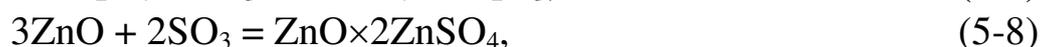
Для гидрометаллургического способа получения цинка обжиг цинковых концентратов у нас осуществляется в печах с кипящим слое при температуре 800-900<sup>0</sup>С, с получением частично сульфатизированного порошкообразного продукта, который на заводах обычно называют огарком.

Практикой установлено, что около 3 % сульфатной серы вполне достаточно для того, чтобы за счет небольшого количества сульфатов компенсировать все потери серной кислоты в замкнутом цикле выщелачивания обожженного концентрата и электролиза сульфатного цинкового раствора.

Таким образом, наряду с образованием свободных окислов металлов в процессе обжига концентратов могут получаться сульфаты, ферриты и силикаты.

Основные реакции обжига цинкового концентрата:





Если образование сульфида в некотором количестве при обжиге желательно, то образование феррита и силиката окиси цинка крайне нежелательно. Феррит цинка не растворяется в слабом растворе серной кислоты. Силикат цинка хотя и растворяется при выщелачивании огарка, однако при этом освобождаемая кремнекислота получается в коллоидальной форме.

Регулируя температуру обжига и состава газовой фазы, можно получать в огарке нужное количество сульфатной серы. Кроме того, существенное влияние на сульфатообразование оказывают катализаторы (окислы железа, меди, нагретые стенки печи и др.), способствующие окислению  $\text{SO}_2$  в  $\text{SO}_3$ .

Для уменьшения феррита и силикатообразования следует проводить обжиг интенсивно при максимально допустимой температуре, считаясь лишь с размягчением и окомкованием концентрата.

Одновременно следует шихтовать различные концентраты таким образом, чтобы смесь содержала меньшее количество железа, свинца и кремнезема.

Обжиг цинкового концентрата для гидрометаллургического процесса предусматривает следующее:

- 1) по возможности полностью окислить все сульфиды металлов и получить в огарке окислы и немного сульфатов;
- 2) окислить мышьяк и сурьму и удалить их концентраты в виде летучих соединений;
- 3) получить при обжиге как можно меньше ферритов цинка, силикатов цинка, силикатов свинца и др.
- 4) получить концентрированные по содержанию  $\text{SO}_2$ , обжиговые газы для использования их на производство серной кислоты;
- 5) получить огарок в виде мелкого порошка для лучшего его выщелачивания.

### **Необходимые материалы и оборудования**

1. Муфельная печь.
2. Плоскодонные лодочки (2 штука).

3. Аналитические весы.
4. Стеклопалочка, для перемешивания.
5. Специальное оборудование для анализа содержания серы.

### **Методика проведения работы**

В лабораторных условиях обжиг цинкового концентрата проводится с порошком в плоскодонных лодочках, в муфельной печи.

Для проведения работы берутся две навески концентрата известного химического состава, по 50 г. Каждая порция засыпается ровным слоем в отдельную лодочку. Обжиг проводится при температуре 850<sup>0</sup>С. Продолжительность обжига в одном случае составляет 90 минут, а в другом – 150 минут. Перемешивание концентрата должно осуществляться через каждые 10 минут, очень осторожно, чтобы избежать потери концентрата через край лодочки.

После обжига лодочки с обожженным концентратом охлаждаются, а затем полученный огарок взвешивается. От хорошо растертого обожженного концентрата берутся две навески по 5 г для анализа на содержание серы.

### **Обработка результатов опыта**

После проведения опыта по обжигу цинкового концентрата и получения результатов анализа на содержание серы в огарках проводятся следующие расчеты.

1. Определяется выход, в % по отношению к исходной навеске цинкового концентрата.

2. Рассчитывается процентное содержание в огарке цинка.

Определяется степень десульфуризации при обжиге. Выход огарка рассчитывается из соотношения:

$$\eta = \frac{\text{масса огарка, г}}{\text{масса концентрата, г}} \times 100, \%$$

Процентное содержание цинка в огарке рассчитывается при допущении того, что при обжиге концентрата не было потерь цинка, как через улетучивание, так и за счет механических потерь самого концентрата. В этом случае весь цинк из концентрата перейдет в огарок.

Зная вес взятого для обжига концентрата и процентное содержание в нем цинка, а также зная результаты полученного огарка,

определяется процентное содержание цинка в огарке. Количество цинка (Г) в концентрате (В),

$$Г = \frac{A \times a}{100}.$$

где, А – вес взятого концентрата, в г;

а – процентное содержание цинка в концентрате, %.

Процентное содержание цинка в огарке, %

$$P = \frac{100 \times B}{b}$$

где, b – вес полученного огарка из 50 г концентрата, в г.

Степень десульфуризации может быть найдена из соотношений:

$$\frac{(C - c) \times 100}{C}, \%$$

где, С – количество серы в 50 г концентрата, в г;

с – количество серы, оставшейся в огарке «b», г.

В свою очередь «с», определяется из выражения:

$$c = \frac{Г \times b}{100}.$$

где, Г - процентное содержание серы в огарке.

### **Контрольные вопросы**

1. Цель и задачи лабораторной работы?
2. Цель обжига цинкового концентрата?
3. Каков состав огарка и газа?
4. Какие методы обжига широко используются в цинковом производстве?
5. Необходимые материалы и оборудование для проведения лабораторной работы?
6. Методика проведения работы?
7. Расчет результатов эксперимента?
8. Химизм процесса при плавке?
9. Как рассчитать извлечение меди в штейн?
10. Какие виды агрегатов, предназначенные для плавки медных концентратов, вы знаете?

## Литература

1. Юсупходжаев А.А. Оғир металллар металлургияси. Маърузалар тўплами. Тошкент. 1999 й.
2. Г.Я. Лейзерович, И.В. Бабина. Обжиг цинковых концентратов в кипящем слое. М.: Metallurgizdat, 1983, с 5-16.
3. Шиврин Г. Н. Металлургия свинца и цинка. М. Металлургия. 1982. с. 350.
4. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Валиев Х.Р. Лабораторный практикум по курсу «Металлургия тяжелых цветных металлов». Тошк. гос. техн. ун-т. Типография ТашГТУ. 2001. 20 с.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6**  
**ВЫЩЕЛАЧИВАНИЕ ОБОЖЕННОГО ЦИНКОВОГО**  
**КОНЦЕНТРАТА В РАСТВОРЕ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ**  
(2 часа)

**Цель работы**

Ознакомить студентов с процессом выщелачивания цинка из обожжённого концентрата, изучить влияние основных технологических параметров на процесс выщелачивания.

**Краткое теоретическое описание работы**

Выщелачиванием, называется процесс растворения в жидком растворителе одного или нескольких компонентов из массы твердого материала.

На электролитных цинковых заводах обожженный цинковый концентрат (огарок) подвергается выщелачиванию в водном растворе серной кислоты. Практически такой раствор получается при электроосаждении цинка из водных растворов сернокислого цинка.

Целью выщелачивания является быстрый и полный перевод всех цинковых соединений из огарков в раствор. Однако полностью растворить цинковые соединения на практике не удастся. Твердые остатки от выщелачивания огарка - цинковые кеки - не содержат 15-20% цинка, и подвергаются дальнейшей переработке для извлечения из цинка некоторых спутников.

В результате выщелачивания огарков получается настолько загрязненные растворы, что их предварительная очистка от всех загрязняющих примесей (железа, мышьяка, сурьмы, кремнекислоты, меди, кадмия, кобальта) совершенно обязательна.

Как при выщелачивании огарков, так и при всех операциях очистки растворов от загрязняющих примесей, получается пульпа, нуждающаяся в отделении твердого от жидкого. Это осуществляется двумя путями: сгущением и фильтрацией.

Процесс выщелачивания складывается из двух последовательных стадий:

1. Химического действия растворителя на соединения металлов в огарке, в результате чего образуется растворимое соединение;
2. Растворения образовавшегося соединения в растворителе.

Обоженные цинковые концентраты состоят из  $ZnO$ ,  $ZnSO_4$ ,  $ZnO \cdot Fe_2O_3$ ,  $ZnO \cdot SiO_2$  оксидов и сульфатов других компонентов исходного концентрата, а также небольшого количества неокислившихся при обжиге сульфидов.

Скорость растворения прямо пропорциональна поверхности зерен обожженного концентрата. Чем эти зерна меньше, тем больше их общая поверхность. Скорость растворения в чистом растворителе больше, чем в растворе, содержащем некоторое количество растворяющегося вещества; в насыщенном растворе растворение прекращается, так как скорости разрушения и восстановления кристаллических решеток становятся равными. Скорость выщелачивания ускоряется с повышением температуры (уменьшается вязкость среды) и от энергичного перемешивания пульпы (уменьшается толщина диффузионного слоя и уравниваются концентрации раствора во всей массе пульпы). В процессе выщелачивания обожженного цинкового концентрата протекает большое количество реакций, главнейшими из которых, являются следующие:



Сульфат цинка хорошо растворяется в воде, особенно в подогретой.

Реакции растворения окислов в серной кислоте сопровождаются выделением тепла, поэтому специального подогрева пульпы не требуется. За счет тепла растворения температуры пульпы поднимается до 50-60<sup>0</sup>С.

### **Необходимые материалы и оборудования**

1. Огарок (продукт из предыдущей лабораторной работы) с известным химическим составом.
2. Раствор, содержащий 100 г/л серной кислоты.
3. Специальная лабораторная установка (рис.1).
4. Фарфоровый стакан объемом 250 мл.
5. Мерный цилиндр или мензурка.
6. Дистиллированная вода.
7. Весы технические

## Методика проведения работы

Для работы берутся две навески по 5 г от 2 пробы обожженного цинкового концентрата известного химического состава.

Пробы обожженного концентрата должны быть получены в предыдущих работах в результате обжига концентрата при температуре 800<sup>0</sup>С или 850<sup>0</sup>С, при различной продолжительности обжига 90 и 150 минут.

Навеска огарка засыпается в фарфоровый стакан емкостью 250-300 мл, в который заливается водный раствор серной кислоты, содержащий 100 г/л.

Соотношение Ж:Т берется равным 20:1. Выщелачивание проводится с подогревом пульпы до 50-60<sup>0</sup>С и при интенсивном ее перемешивании. Продолжительность опыта составляет от 45 до 60 минут. Пульпа после опыта подвергается фильтрации под вакуумом с однократной промывкой кека на фильтре горячей водой, взятой в количестве 10-15 мл.

Общий объем полученного фильтрата измеряется мензуркой или мерным стаканом.

Кек просушивается в сушильном шкафу, а затем взвешивается на технических весах.

## Обработка результатов опыта

После опыта проводятся следующие анализы и расчеты.

1. Подсчитывается избыток взятой кислоты в исходном растворе по отношению к цинку в навеске огарка, согласно реакции (6-1),(6-7).

2. Определяется количество оставшейся кислоты в растворе после опыта (приложение 4) и рассчитывается процент ее использования.

3. С помощью химического анализа фильтрата на содержание цинка, определяется его количество, перешедшее из огарка в раствор и рассчитывается, процентное извлечение цинка.

4. Зная вес цинка (в 5 г огарка), а также во всем объеме фильтрата после выщелачивания огарка, рассчитывается количество цинка, оставшееся в кеке, и процентное содержание цинка в кеке.

5. Составляется баланс по цинку в процессе выщелачивания 2 проб обожженного концентрата и производится сопоставление полученных результатов.

Необходимые анализы и расчеты проводятся при консультации руководителя лабораторной работы.

## Контрольные вопросы

1. Цель и задачи данной работы.
2. Цель выщелачивания огарка.
3. Необходимые материалы и оборудование для проведения лабораторной работы.
4. Методика проведения работы.
5. Расчет результатов эксперимента.
6. Суть гидрометаллургического получения цинка.
7. Какие реакции происходят при выщелачивании огарка серной кислотой.
8. Какие параметры влияют на скорость перехода цинка в раствор.
9. Почему в качестве растворителя цинковых огарков используется серная кислота?
10. Какие элементы кроме цинка переходят в раствор при выщелачивании цинкового огарка?

## Литература

1. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Худояров С.Р. «Огир рангли металлар металлургияси» фанидан тажриба ишларини бажариш учун методик кўлланма. Тош. дав. техн. ун-ти; 2003. 62 б.
2. Лоскутов Ф.М. «Металлургия свинца и цинка» Металлургиздат, Москва, 1986. с 231-238.
3. Зайцев В. Я., Моргулис Е. В. Металлургия свинца и цинка. М. Металлургия. 1985 с. 262.
4. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Рахмонов Н.М. «Тахлилнинг физика-кимёвий усуллари» фанидан тажриба ишларини бажариш учун методик кўлланма. Тош. Дав. Техн. ун-ти. 2001. 24 б.

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7**  
**ГИДРОЛИТИЧЕСКАЯ ОЧИСТКА СУЛЬФАТНОГО**  
**ЦИНКОВОГО РАСТВОРА ОТ ЖЕЛЕЗА**  
(2 часа)

**Цель работы**

Изучить влияние основных технологических параметров на показатели обжига сульфидных цинковых концентратов.

**Краткие теоретические сведения**

В гидрометаллургическом способе производства цинка наблюдается непрерывное улучшение качества раствора поступающие на электролиз. Разрабатываются новые и совершенствуются старые способы очистки растворов, позволяющие направлять в электролитные ванны нейтральный раствор с минимальным содержанием вредных примесей. Чистота раствора имеет самое важное значение для всего процесса производства цинка. При работе завода на чистых растворах снижается расход электроэнергии на тонну цинка, увеличивается выход по току и производительность электролитных ванн, снижается напряжение на ваннах, уменьшается расход воды на охлаждение электролита и т.д.

Тщательное и полное проведение операций очистки раствора сульфата цинка от примесей – залог успешной работы всего предприятия.

Каждый гидрометаллургический цинковый завод уделяет этому ответственному участку работы особо серьезное внимание.

В результате кислого выщелачивания обожженного концентрата раствор кислого слива сгустителя получается сильно загрязненным примесями, что видно из следующих данных:

свободной серной кислоты, г/л - 1-2;

твердого, г/л – 30-40;

цинка, г/л - 100-200;

меди, мг/л - 1500-3000;

железа (общего), мг/л - 700-2500;

железа (закисного), мг/л – 200-600;

мышьяка, мг/л - 20-80;

сурьма, мг/л - 5-20;

кремний кислотаси, мг/л – 200-300 и др.

Все присутствующие в цинковых растворах примеси условно можно разделить на следующие четыре группы:

1-группа: Fe, Al, Ni, As, Sb, Ge, In, SiO<sub>2</sub>.

2-группа: Nu, Nd, Ni, Ta.

3-группа: No, Nl, F.

4-группа: K, Na, Mg, Mn.

Такое деление примесей на группы объясняется наличием у них некоторых сходных свойств позволяющих применять один способ очистки для нескольких примесей.

Так, например, от железа, алюминия, мышьяка, сурьмы, кремния и частично от меди можно очистить раствор в нейтральной стадии выщелачивания, доводя пульпу до определенного значения рН.

Медь и кадмий вытесняется добавлением металлической цинковой пыли.

Для очистки от кобальта, хлора и фтора необходимо вводить в раствор специальные реагенты, связывающие их в малорастворимые химические соединения. Последняя, 4 группа примесей не поддается известным в гидрометаллургии цинка способам очистки и нуждается для понижения концентрации калия, магния и марганца в обновлении циркулирующих растворов путем частичного безвозвратного вывода их из процессов.

Все примеси можно было бы также условно разбить на две группы в зависимости от того, накапливаются они в растворах или нет. К числу не накапливающихся примесей относятся: железо, мышьяк, сурьма, алюминий, кремнезем. Представителями накапливающихся примесей наиболее типичными, являются: кобальт, хлор, калий, натрий, магний, марганец.

После так называемого нейтрального выщелачивания огарка раствор нейтрального слива сгустителей содержание примесей представляется в следующих количествах:

твердого, г/л – 1-2;

цинка, г/л - 105-125;

меди, мг/л - 600-1500;

кадмия, мг/л – 200-500;

железа (закисного), мг/л – 30-100;

мышьяка, мг/л – 0,8-2,0;

сурьма, мг/л - 0,2-0,3;

кремниевая кислота, мг/л – 200-300 и др.

Удельный вес слива такого состава колеблется в пределах 1,3 – 1,37, а рН чаще всего составляет 5,2 – 5,4.

При нейтральном выщелачивании осуществляется гидролитическая очистка раствора от ряда вышеуказанных примесей. Гидролитическая очистка основана на гидролизе – процесса разложения водой находящейся в растворе соли или процесса

взаимодействия ионов воды с ионами соли. Полнота очистки зависит от степени нейтрализации пульпы, которая характеризуется концентрацией в растворе водородных ионов. Показателем концентрации ионов водорода служит рН.

При постепенном повышении рН растворов образуются и выпадают в осадок гидраты тех или иных металлов. повышать рН можно лишь до начала выпадения гидроокиси цинка. Так как в промышленных растворах обычно содержится, 100-120 г/л цинка то максимальное значение рН может, быть допущено при нейтральном выщелачивании огарка соответственно 5,6 – 5,5.

Таблица 4.

#### **Осаждение гидроксидов в зависимости от рН.**

Металлы	Концентрация, г\л	рН
Оксид железа	2,0	1,7
Алюминий	1,0	4,0
Оксид меди	2,0	4,4
Закись меди	0,5	5,0
Цинк	100-120	5,6-5,5
Кадмий	0,3	7,5
Закись железа	0,5	8,5
Кобальт	0,05	8,5
Марганец	5,0	9

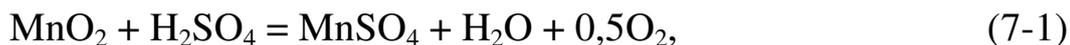
Железо в растворе после кислого выщелачивания огарка может присутствовать в виде  $Fe_2(SO_4)_3$  и  $FeSO_4$ .

Осаждение гидрата закиси железа может происходить, или при весьма большом рН (порядка 8,5), или при незначительной концентрации цинка в растворе и большой концентрации закисного железа.

В промышленных растворах  $FeSO_4$  не гидролизуется.

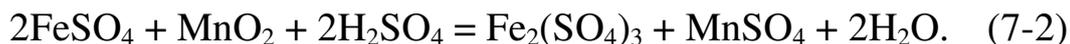
Чтобы осуществить более полную очистку раствора от железа – закисную его форму переводят в окисную. Это достигается окислением железа каким-либо окислителем: воздухом, перманганатом калия или марганцовой рудой. Окисление желательно проводить в кислой ветви, чтобы в нейтральную стадию выщелачивания поступило железо, подготовленное к гидролизу, т.е. в окисной форме.

Наилучшим окислителем в кислой среде оказывался пиролюзит, или перекись марганца, находящаяся в марганцовой руде. При действии серной кислоты на перекись марганца происходит реакция:



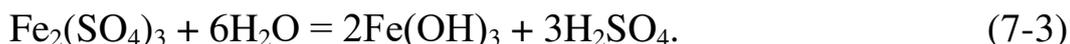
По которой марганец в виде серноокислого, переходит в раствор при этом выделяется кислород – активный окислитель железа.

Реакция окисления сульфата закиси железа в присутствии перекиси марганца и свободной серной кислоты имеет следующий вид:

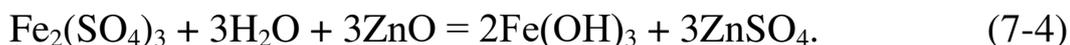


Скорость и полнота реакции зависят, от концентрации серной кислоты и температуры. Практикой установлено, что удовлетворительные результаты окисления получаются при кислотности 5-8 г/л серной кислоты и температуре 40-60<sup>0</sup>С.

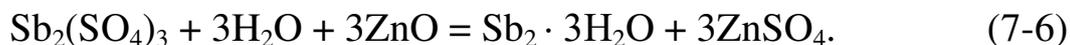
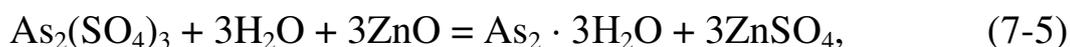
Полученная серноокислая окись железа гидролизуется по реакции:



Выделяющаяся по реакции серная кислота нейтрализуется окисью цинка, имеющейся в обожженном концентрате. Суммарная реакция гидролитического осаждения приводится ниже:



Одновременно с осаждением железа в осадок переходят мышьяк, сурьма и кремнекислота:



При наличии гидроокиси железа последняя может реагировать с мышьяковистой кислотой по реакции:



образующаяся при этом двойная соль железа и мышьяк выпадает в осадок.

Чистый мышьяк и сурьма могут удаляться из раствора в виде основных солей плохо растворимых в воде ( $\text{As}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SO}_3$  и  $\text{Sb}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SO}_3$ ),

а также за счет адсорбции мышьяка и сурьмы сильно развивая поверхность гидрата окиси железа.

Практические данные показывают, что для удовлетворительной очистки растворов от мышьяка необходимо иметь в них железа в 10 раз больше, чем мышьяка. Для очистки железа от сурьмы, необходимо иметь в растворе еще больше: 20-40 единиц железа на единицу сурьмы. Иногда, при недостатке железа в растворе, к нему специально добавляют железный скрап с целью более глубокой очистки от мышьяка и сурьмы.

В растворе кислой ветви выщелачивания может находиться до 2-3 г/л кремнекислоты. В процессе нейтрализации растворов в нейтральной ветви кремнекислоты происходит коагулирование, т.е. частицы ее укрупняются и вследствие увеличения веса оседают в сгустителях на дно вместе с гидратами металлов.

Резкая коагуляция кремнекислоты начинается при значениях рН в пределах 4,8-5,0 и особенно при рН = 5,2-5,4. подогрев растворов способствует укрупнению и осаждению частиц кремнекислоты. Содержание кремнекислоты в сливе нейтральных сгустителей достигает 200-300 мг/л.

Осаждение гидратов железа, мышьяка, сурьмы, меди и кремнекислоты в нейтральной ветви еще не означает полного вывода этих примесей из цикла выщелачивания. Нижний продукт нейтральных сгустителей, в котором концентрируются примеси при гидролитической очистке, поступает на выщелачивание в кислую ветвь. Здесь все осажденные ранее примеси в большей или меньшей степени снова переходят в раствор под действием серной кислоты.

Вследствие избирательного свойства серной кислоты растворять преимущественно окись цинка в стадии кислого выщелачивания, полного обратного растворения примесей не наблюдается. Этим обеспечивается вывод примесей из процесса с цинковыми кеками (кислыми кеками).

Обратное растворение примесей зависит от кислотного режима, продолжительности выщелачивания и, особенно от конечной кислотности пульпы, поступающей на сгущение. Легче всего растворяются гидраты меди, затем соединения мышьяка, гидраты железа и кремнекислота.

Следовательно, для того чтобы предупредить накопление этих примесей в процессе и обеспечить наиболее полный их вывод из цинкового выщелачивания, необходимо иметь в кислой ветви минимальную кислотность. Эта кислотность должна быть достаточной для извлечения растворимого цинка в раствор.

## **Необходимые материалы и оборудования**

1. Раствор, полученный в предыдущей лабораторной работе.
2. Чистый оксид цинка.
3. Мерный цилиндр.
4. Стеклянные стаканы.
5. рН-метр.
6. Стеклянный перемешиватель.
7. Пипетка.

## **Методика проведения работы**

Берется сульфатный цинковый раствор, содержащий 100 г/л цинка, 1,5-2 г/л железа в форме сернокислого окисного и 0,3-0,4 г/л железа в форме сернокислого закисного. Раствор содержит свободную серную кислоту около 5 г/л.

Вначале осуществляется операция перевода находящегося в растворе двухвалентного железа в трехвалентное. Для опыта берется 0,5л раствора, который заливается в стеклянный стакан. Рассчитывается необходимое теоретическое количество  $MnO_2$  и серной кислоты согласно известной реакции окисления железа. Для полноты окисления железа берется 3 – кратный избыток  $MnO_2$ .

Окисление железа проводится с перемешиванием и подогревом до  $50^{\circ}C$  раствора в течение 60 минут.

Затем часть раствора заливается в стеклянный кристаллизатор, в который опускаются стеклянная мешалка и стеклянный электрод рН-метра. Производится первый замер показания рН- метра. После этого при перемешивании раствора, производится добавка к нему небольшими порциями чистой окиси цинка. При этом рН будет возрастать, это следует наблюдать по шкале гальванометра.

При показаниях на шкале рН = 1,5-2,0; 3,0-3,5; 4,0-4,5; 5,0-5,5 от раствора отбирается пипеткой пробы по 10 мл. Раствор должен быть сразу же профильтрован, а затем в нем определяется содержание железа, которое пересчитывается в г/л.

## **Обработка результатов опыта**

После определения содержания железа в пробах раствора, отобранного при различных значениях рН, строится график зависимости содержания железа от рН раствора и одновременно устанавливается конечное содержание железа в растворе в мг/л.

Известно, что содержание железа в растворе сульфата цинка, идущего в электролитные ванны, допускается не более 20-30 мг/л.

### **Контрольные вопросы**

1. Цель и задачи лабораторной работы?
2. Для чего необходимо очищать сульфат цинка от железа?
3. Какие требуются необходимые материалы и оборудование при выполнении лабораторной работы?
4. Расскажите ход выполнения лабораторной работы?
5. Объясните, как начертить график зависимости содержания железа в растворе от pH?
6. Объясните образование элементов и разделение их по классам в растворе сульфата цинка?

### **Литература**

1. Ф.М. Лоскутов «Металлургия свинца и цинка» Metallurgizdat, Москва, 1986г с 231-238.
2. Зайцев В. Я., Моргулис Е. В. Metallургия свинца и цинка. М. Metallургия. 1985 с. 262
3. Юсупходжаев А.А. Оғир металлургияси. Маърузалар тўплами. Тошкент. 1999 й.
4. Г.Я. Лейзерович, И.В. Бабина. Обжиг цинковых концентратов в кипящем слое. М.: Metallургия, 1983, с 5-16.
5. Шиврин Г. Н. Metallургия свинца и цинка. М. Metallургия. 1982. с. 350.
6. Юсупходжаев А.А., Холикулов Д.Б., Валиев Х.Р. Лабораторный практикум по курсу «Metallургия тяжелых цветных металлов». Тошк. гос. техн. ун-т. Типография ТашГТУ. 2001. 20 с.

## ПРИЛОЖЕНИЕ 1. РАСЧЕТ РАЦИОНАЛЬНОГО СОСТАВА МЕДНОГО КОНЦЕНТРАТА

Химический состав рассчитываемого рационального состава медного концентрата, следующий, %: Cu - 17; Fe - 34; S - 36; Zn - 5; SiO<sub>2</sub> - 4; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> - 1 и другие элементы - 3. В основные минералы входят: халькопирит CuFeS<sub>2</sub>, пирит FeS<sub>2</sub>, пирротин Fe<sub>7</sub>S<sub>8</sub>, сфалерит ZnS, силикаты и другие (здесь, пирротин участвует в виде моноклидной формы).

Расчеты ведем на 100 кг шихты.

Первоначально, рассчитываем количество серы в сфалерите:

$$X_1 (S) = 32 \times 5 : 65 = 2,45 \text{ кг}$$

Исходя из этого, общее количество сфалерита равняется:

$$(ZnS) = 5 + 2,45 = 7,45 \text{ кг}$$

Расчитываем содержание железа и серы в халькопирите: отношение количества серы к количеству меди, т.е. равняется, 17 кг, а количество железа:

$$X_2 (Fe) = 56 \times 17 : 64 = 14,9 \text{ кг}$$

Общее количество халькопирита равняется:

$$(CuFeS_2) = 17 + 14,9 + 17 = 48,9 \text{ кг}$$

находим остаточное количество серы и железа:

$$(S) = 36 - 17 - 2,45 = 16,55 \text{ кг};$$

$$(Fe) = 34 - 14,9 = 19,1 \text{ кг}.$$

Обозначим, содержание железа в пирите через X<sub>3</sub> кг и содержание в пирротине через 19,1-X<sub>3</sub> кг. Содержание серы связанной в пирите X<sub>3</sub> × 64 : 56, а содержание серы в пирротине (19,1 - X<sub>3</sub>) × (32 × 8) : (56 × 7) кг.

Общая сумма получившихся результатов равняется общему остатку серы:

$$X_3 \times 64 : 56 + (19,1 - X_3) \times (32 \times 8) : (56 \times 7) = 16,54 \text{ кг}$$

Решив уравнение, находим, что  $X_3=8,3$  кг. Здесь, находим количество серы в пирите:

$$(S) = 8,3 \times 64 : 56 = 9,5 \text{ кг.}$$

Общее количество пирита равно:  $8,3 + 9,5 = 17,8$  кг.

Содержание железа в пирротине  $Fe = 19,1 - X_3 = 19,15 - 8,3 = 10,8$  кг, а содержание серы  $S = 256 \times 10,8 : 392 = 7,05$  кг. Из этого выходит, что общее количество пирротина равняется  $10,8 + 7,05 = 17,85$  кг. Полученные результаты расчетов вносим в таблицу 5.

Таблица 5.

**Рациональный состав медного концентрата, %**

Наименование минералов	Cu	Fe	S	Zn	прочие	Всего
Халькопирит	17	14,9	17	-	-	48,9
Пирит	-	8,3	9,5	-	-	17,8
Пирротин	-	10,8	7,05	-	-	17,85
Сфелерит	-	-	2,45	5	-	7,45
SiO <sub>2</sub>					4	4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>					1	1
Прочие	-	-	-	-	3	3
Всего	17	34	36	5	8	100

## ПРИЛОЖЕНИЕ 2. РАСЧЕТ ШИХТЫ ДЛЯ ПРОЦЕССА ПЛАВКИ

Расчет шихты для медного огарка сводится к определению количества конвертерного шлака, так как флюсующие компоненты – кварц и известняк уже содержатся в обожженном концентрате.

При плавке:

Извлечение меди в штейн - 96 %;

Извлечение цинка - 20 %;

Сумма от содержания железа, меди, серы, цинка в штейн составляет - 90 %;

Десульфуризация - 30 %.

Допустим, что в плавку поступает материал следующего химического состава (табл. 6).

Расчет ведут на 100 кг обожженного концентрата. Приняв степень десульфуризации при плавке, равной 30 % находим количество серы, переходящей в штейн:

$$\text{количество серы} = \frac{16,2 \times (100 - 30)}{100} = 11,34 \text{ кг}$$

где, 16,2 – содержание серы в обожженном концентрате.

При плавке содержание серы в штейне 25 %, тогда масса штейна составит:

$$\frac{11,1 \times 100}{25} = 44,4 \text{ кг.}$$

В штейн перейдет,

меди:  $15 \times 0,95 = 14,25$  кг

цинка:  $6 \times 0,2 = 1,2$  кг

железа:  $44,4 \times 0,9 - (11,34 + 14,25 + 1,2) = 12,17$  кг.

Результаты сводим в таблицу 7.

Таблица 6.

### Химический состав материалов для плавки.

Материалы	Содержание, %								
	меди	железа	цинка	серы	крем-незема	глино-зема	оксид кальция	прочих	всего
Обожженный концентрат	15	36,1	6,0	16,2	20	2,0	1,5	3,2	100
Конвертерный шлак	2,0	50,0	2,5	1,0	25	7,0	1,0	11,5	100

**Состав штейна**

Содержание	Составляющие элементы штейна						
	медь	цинк	железо	сера	кислород	прочие	всего
В килограммах	14,25	1,2	12,17	11,34	1,8	3,64	44,4
В процентах	32,1	2,7	27,4	25,55	4,05	8,2	100

При определении массы конвертерного шлака, поступающего в плавку, исходим из того, что весь конвертерный шлак возвращается в отражательную плавку и все железо штейна при его конвертировании в отвальный шлак:

$$\begin{aligned} &12,17 - 50 \% \\ &x - 100 \\ x &= \frac{100 \times 12,17}{50} = 24,34 \text{ кг.} \end{aligned}$$

Таким образом, состав шихты плавки будет следующим:

огарок - 100 кг

конверторный шлак - 24,34 кг

всего - 124,34 кг

### ПРИЛОЖЕНИЕ 3. СХЕМА УПРОЩЕННОГО РАСЧЕТА ШИХТЫ ДЛЯ ПЛАВКИ СЫРОГО МЕДНОГО КОНЦЕНТРАТА

Допустим, что при плавке в печах КФП в условиях АГМК десульфуризация достигает 40-75 %, содержание серы в штейне изменяется от 20 до 30 %, в штейн переходит 97-99 % меди и 50-60 % цинка, штейн содержит около 3-4 % кислорода. Суммарное содержание железа, меди, серы – 90 %.

На основании этих данных рассчитывается состав штейна.

Расчет ведется на 100 кг концентрата с содержанием:

медь - 18 %;

железо - 30 %;

сера - 35 %;

цинк - 3 %;

кремнезем - 4 %;

кальций - 1 %;

прочие – 9 %.

Десульфуризация при плавке - 40 %.

Тогда остаточное содержание серы в штейне составляет:

$$\frac{35 \times (100 - 40)}{100} = 21 \text{ кг.}$$

Масса штейна с содержанием 25 %, серы определяется из соотношения:

$$\begin{array}{l} 21 - 25 \% \\ x - 100 \% \\ X = \frac{21 \times 100}{25} = 84 \text{ кг.} \end{array}$$

В штейн перейдет:

меди:  $18 \times 0,38 = 17,64$  кг,

цинка:  $3 \times 0,55 = 1,65$  кг.

Учитывая, что сумма трех компонентов штейна – меди, серы и железа – составляет в среднем 90 % от веса штейна, т.е. ( $84 \times 0,9 = 75,6$  кг).

Находим массу железа в штейне:

$$75,6 - 21 - 17,64 = 36,96 \text{ кг.}$$

Содержание кислорода в штейне принимаем равным 3 %. Тогда масса кислорода в нем составит:

$$84 \times 0,03 = 2,52 \text{ кг.}$$

Результаты расчета штейна сводятся в табл. 8.

Теперь определяем количество конвертерного шлака, входящего в шихту плавки: для данного примера возьмем средний химический состав конвертерного шлака Алмалыкского медеплавильного завода,

‰: медь-2,3; двуокись кремния - 24,8; оксид цинка - 2,5; железо - 29; оксид кальция - 2,0; прочих - 19,4 (прочие можно включить следующие химические соединения: оксид магния,  $Al_2O_3$ , сера и т.д.).

Таблица 8.

**Результаты расчета штейна.**

Содержание	Состав штейна						Всего
	медь	железо	сера	цинк	кислород	прочие	
В килограммах	17,64	36,96	21	1,65	2,52	4,23	84
В процентах	21	44	25	2	3	5	100

Исходя из этого, все железо штейна при конвертировании переходит в конвертерный шлак, определяем его массу:

$$\begin{aligned} & 36,96 \text{ кг} - 49 \% \\ & x - 100 \% \\ x = & \frac{100 \times 36,96}{49} = 75,42 \approx 75,5 \text{ кг.} \end{aligned}$$

В 75,5 кг конвертерного шлака будет содержаться:

медь

$$\begin{aligned} & 75,5 - 100 \\ & x - 2,3 \\ x = & \frac{75,5 \times 2,3}{100} = 1,74 \text{ кг,} \\ \text{кремнезем} = & \frac{75,5 \times 24,8}{100} = 18,72 \text{ кг,} \\ \text{оксид цинка} = & \frac{75,5 \times 2,5}{100} = 1,88 \text{ кг,} \\ \text{железа} = & \frac{75,5 \times 49,0}{100} = 37,0 \text{ кг,} \\ \text{оксид кальция} = & \frac{75,5 \times 1,51}{100} = 1,51 \text{ кг,} \\ \text{прочие соединения} = & \frac{75,5 \times 19,4}{100} = 14,65 \text{ кг.} \end{aligned}$$

Состав флюса в ‰ указывается переподавателем.

Допустим, что в кварцевой руде содержится следующий состав, ‰: диоксид кремния - 70, железа - 7,  $Al_2O_3$  - 15 и прочие – 8. известняк содержит, ‰: оксид кальция - 50, диоксид кремния - 7, железа - 0,5 и прочие - 42,5.

Для расчета флюсов задаемся составом отвального шлака. Допустим, что плавку ведут на шлак следующего состава, ‰: оксид железа - 42,0; диоксид кремния - 38,0; оксид кальция - 7,0.

Составим таблицу основных шлакообразователей (табл. 9), учитывая при этом, что часть железа шихты переходит при плавке в штейн. Условно примем, что в штейн переходит всё железо конвертерного шлака.

Таблица 9.

**Таблица основных шлакообразующих компонентов.**

Компоненты шихты	Всего, кг	Содержание, кг		
		железо	кремнезем	оксид кальция
Концентрат	100	30,0	4,0	1,0
Конвертерный шлак	75,5	-	18,72	1,51
Кварцевая руда	X	0,07x	0,7x	-
Известняк	Y	0,005y	0,07y	0,5y
Всего		30+0,07x+ +0,005y	22,72+0,7x+ +0,07y	2,51+0,5y

На основании данных табл. 9 для определения неизвестных составляем два уравнения:

$$\frac{32,5}{38,0} = \frac{30 + 0,07x + 0,005y}{22,72 + 0,7x + 0,07y};$$

$$\frac{32,5}{7} = \frac{30 + 0,07x + 0,005y}{2,51 + 0,5y};$$

где, 32,5 – берется от шлака, содержащего 42 % FeO.

Решая совместно эти уравнения, находим x и y:

$$x=11,2 \text{ кг}; \quad y=10,5 \text{ кг}.$$

Выход шлака определяем по кремнезему, содержание которого в шлаке составляет:

$$\frac{22,72 + 0,7 \times 11,2 + 0,07}{10,5} = 31,25 \text{ кг}$$

где, 22,72 - берется от шлака, содержащего 38 % оксида кремния.

Следовательно, масса шлака будет равна:

$$\frac{31,25 \times 100}{38,0} = 82,28 \text{ кг}.$$

Состав шихты для плавки:

сырого концентрата – 100 кг,  
конвертерного шлака - 75,5 кг,  
кварца - 11,2 кг;  
известняка – 10,5 кг.

#### **ПРИЛОЖЕНИЕ 4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ СЕРНОЙ КИСЛОТЫ ТИТРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ И РАСЧЕТ ЕЁ РАСХОДА ПРИ ВЫЩЕЛАЧИВАНИИ**

Анализируемый раствор, определенного количества помещается в колбу, затем в раствор добавляют индикатор. Рабочий щелочной раствор титруется с помощью бюретки.

Рабочий щелочной раствор, готовится следующим образом:

- 1) Берется специальный щелочной стандарт;
- 2) Перемешивается с определенным количеством дистиллированной водой (если, необходимо приготовить рабочий щелочной раствор 0,1 нормали, то в 1 литр дистиллированной воды перемешивают специальный стандарт 0,1 нормали).

Титрование серной кислоты ведётся до изменения окраски. В связи с этим вытекает следующее равенство:

$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

где,  $N_1$  – нормаль щелочи,

$V_1$  – расходное количество щелочи,

$N_2$  – нормаль кислоты,

$V_2$  – расходное количество кислоты.

При достижении этого равенства индикатор меняет цвет раствора и нормаль кислоты определяется по следующей формуле:

$$N_2 = N_1 V_1 / V_2$$

Единица измерения полученных результатов в нормалях, поэтому необходимо перевести их в г/л. для этого полученный результат умножается на грамм-эквивалент серной кислоты.

Расчет количества используемой серной кислоты, ведется выше упомянутым методом, концентрация серной кислоты определяется до и после выщелачивания. Используя оба полученных результата, с помощью следующего равенства можно рассчитать количество используемой серной кислоты:

$$\text{расход } H_2SO_4 = 100 - \left( \frac{C_c}{C_o} \times 100 \right), \%$$

где,  $C_c$  – концентрация серной кислоты, до выщелачивания, г/л;

$C_o$  - концентрация серной кислоты, после выщелачивания, г/л;

## ПРИЛОЖЕНИЕ 5. РАСЧЕТ РАЦИОНАЛЬНОГО СОСТАВА ЦИНКОВОГО КОНЦЕНТРАТА

Рассчитываем рациональный состав цинкового концентрата следующего содержания, %: Zn-51; Pb-1,5; Cu-0,7; Fe-7,43; S-31,0; CaO-1,0; MgO-0,5; SiO<sub>2</sub> -3,0; Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -1,1; CO<sub>2</sub> – 1,33; другие-1,44. В основной состав минералов входят сфалерит ZnS, халькопирит CuFeS<sub>2</sub>, галенит PbS, пирит FeS<sub>2</sub>, кварц и другие. В этом примере железо встречается в минералах: халькопирит, пирит, пирротин.

Определяем содержание железа и серы в халькопирите. По химической формуле в составе халькопирита содержание серы и меди одинаково, значит, в нашем случае это составит 0,7 кг. Определяем содержание железа в халькопирите:

$$X = 0,7 \cdot 56 : 64 = 0,61 \text{ кг}$$

Общее количество халькопирита:  $0,7 + 0,61 + 0,7 = 2,01 \text{ кг}$ .

Содержание серы в составе галенита будет следующим:  $1,5 \cdot 32 : 207 = 0,23 \text{ кг}$ .

Общее количество галенита  $1,5 + 0,23 = 1,73 \text{ кг}$ .

Находим содержание серы в составе сфалерита:  $51 \cdot 32 : 65 = 25,1 \text{ кг}$ . Общее количество сфалерита  $25,1 + 51,0 = 76,1 \text{ кг}$ .

В составе сфалерита встречается определенном количестве FeS связанном виде.

Определяем остаточное количество серы и железа:

сера =  $31,0 - 0,7 - 0,23 - 25,1 = 4,97 \text{ кг}$ ;

железо =  $7,43 - 0,61 = 6,82 \text{ кг}$ .

Обозначим содержание сульфиде железа в сфалерите X кг и содержание в пирите через  $(6,82 - X)$  и составим уравнение:

$$X \cdot 32 : 56 + (6,82 - X) \cdot 64 : 56 = 4,97 \text{ кг.}$$

Рассчитываем уравнение и находим  $x = 4,94 \text{ кг}$ .

Находим содержание серы связанного с железом  $4,94 \cdot 32 : 56 = 2,82 \text{ кг}$ . Общее количество пирита:  $2,82 + 4,97 = 7,79 \text{ кг}$ . Это количество составляет  $7,79 \cdot 100 : 76,1 = 10,24$  процентов от массы сфалерита.

Этот показатель соответствует литературным источникам минералогии и указывает, что содержание FeS в сфалерите равняется 20 %. Исходя из этого, вытекает, что в составе сфалерита содержание связанного железа 4,94 кг и сера 2,82 кг.

Исходя из этого общее количества серы в сфалерите равно:  $25,1 + 2,82 = 27,92 \text{ кг}$ .

Количество пирита в концентрате составляет  $1,88 + 2,15 = 4,03 \text{ кг}$ . Содержание железа в пирите  $6,82 - 4,94 = 1,88 \text{ кг}$ , содержание серы

Холикулов Д.Б.

$4,97 - 2,82 = 2,15$  кг.

Количество  $\text{CaCO}_3$  в концентрате  $1 \cdot 100 : 56,1 = 1,78$  кг, вместе с этим содержание  $\text{CO}_2$  равняется  $1,78 - 1 = 0,78$  кг.

Количество  $\text{MgCO}_3$   $0,5 \cdot 84,3 : 40,3 = 1,05$  кг, вместе с этим количество  $\text{CO}_2$  равняется  $1,05 - 0,5 = 0,55$  кг.

По результатам расчетов составляем таблицу 10.

Таблица 10.

**Рациональный состав цинкового концентрата, %.**

Наименование минерала	Zn	Cu	Pb	S	Fe	CaO	MgO	CO <sub>2</sub>	Прочие	Всего
Сфалерит	51			27,92	4,94					83,86
Халькопирит		0,7		0,7	0,61					2,01
Галенит			1,5	0,23						1,73
Пирит				2,15	1,88					4,03
CaCO <sub>3</sub>						1		0,78		1,78
MgCO <sub>3</sub>							0,5	0,55		1,05
SiO <sub>2</sub>									3,0	3,0
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>									1,1	1,1
прочие									1,44	1,44
Всего	51	0,7	1,5	31,00	7,43	1	0,5	1,33	5,54	100

## ПРИЛОЖЕНИЕ 6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОЛИЧЕСТВА ЖЕЛЕЗА В РАСТВОРЕ

В коническую колбу наливаем 10 мл исследуемого раствора для анализа. В раствор добавляем 5 мл концентрированной соляной кислоты HCl, затем 50-60 мл дистиллированной воды и все это перемешиваем.

В коническую колбу помещаем специальную спираль, изготовленную из алюминия, затем колбу ставим на водяную баню на 3-5 мин пока раствор не перейдет в бесцветное состояние. Спираль вынимается и промывается водой, колбу охлаждаем.

В охлажденный раствор при комнатной температуре добавляем 10 мл смеси Кноппы, 3-4 капли дифениамина, в это же время с помощью бихромата калия титруем раствор до перехода раствора в синий цвет. Получив результаты, определяем общее количество железа в растворе по формуле:

$$Fe_{\text{общ}} = \frac{T \times V \times 1000}{A}, \text{ г/мл}$$

где, T- титр бихромата калия, г/мл

V- количество бихромата калия, при титровании, мл

A- количество раствора взятого для образца, мл.

**ПРИЛОЖЕНИЕ 7 – СОСТАВЛЕНИЕ ТИТУЛЬНОГО ЛИСТА  
ДЛЯ ОТЧЕТА**

**РЕСПУБЛИКА УЗБЕКИСТАН**

**НАВОЙСКИЙ ГОРНО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ  
КОМБИНАТ**

**НАВОЙСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ГОРНЫЙ  
ИНСТИТУТ**

**ХИМИКО-МЕТАЛЛУРГИЧЕСКИЙ ФАКУЛЬТЕТ**

**КАФЕДРА «МЕТАЛЛУРГИЯ»**

**ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА ПО КУРСУ:**

**“ МЕТАЛЛУРГИЯ ТЯЖЕЛЫХ  
ЦВЕТНЫХ МЕТАЛЛОВ ”**

**Выполнил: студент группы \_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_ Ф.И.О.**

**Принял: к.т.н. Холикулов Д.Б.**

**Навои 2007 г.**

## СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
<b>Введение</b> .....	4
<b>Положение о проведении лабораторных занятий</b> .....	6
<b>Правила техники безопасности при проведении лабораторных работ</b> .....	6
<b>Лабораторная работа № 1. Окислительный обжиг медного сульфидного концентрата</b> .....	9
<b>Лабораторная работа № 2. Выщелачивание меди из обожжённого концентрата (огарка)</b> .....	14
<b>Лабораторная работа № 3. Осаждение меди из растворов методом цементации</b> .....	20
<b>Лабораторная работа № 4. Изучение возможности извлечения меди из различных медьсодержащих продуктов</b> .....	24
<b>Лабораторная работа № 5. Обжиг цинкового концентрата</b> .....	33
<b>Лабораторная работа № 6. Выщелачивание обожженного цинкового концентрата в растворе серной кислоты</b> .....	38
<b>Лабораторная работа № 7. Гидролитическая очистка сульфатного цинкового раствора от железа</b> .....	42
<b>Приложение 1. Расчет рационального состава медного концентрата</b> .....	49
<b>Приложение 2. Расчет шихты для процесса плавки</b> .....	51
<b>Приложение 3. Схема упрощенного расчета шихты для плавки сырого медного концентрата</b> .....	53
<b>Приложение 4. Определение концентрации серной кислоты титрометрическим методом и расчет её расхода при выщелачивании</b> .....	56
<b>Приложение 5. Расчет рационального состава цинкового концентрата</b> .....	57
<b>Приложение 6. Определение количества железа в растворе</b> .....	59
<b>Приложение 7. Составление титульного листа для отчета</b> .....	60